

Amplitudenvariation als neue sensorische Dimension in der akustischen Analytik

Dissertation

Zur Erlangung des Doktorgrades
der Naturwissenschaften

vorgelegt von

Rebekka König

aus Hamburg

genehmigt von der Fakultät für Natur- und Materialwissenschaften
der Technischen Universität Clausthal

Tag der mündlichen Prüfung:

23.04.2015

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Mai 2012 bis Februar 2015 am Institut für Physikalische Chemie der Technischen Universität Clausthal im Arbeitskreis von Professor Dr. Diethelm Johannsmann angefertigt.

Vorsitzender der Promotionskommission: Prof. Dr. rer. nat. Winfried Daum

Hauptberichterstatter: Prof. Dr. rer. nat. Diethelm Johannsmann

Mitberichterstatter: Prof. Dr. rer. nat. Eike G. Hübner

Teile dieser Arbeit wurden in den folgenden Publikationen veröffentlicht:

J. Vlachová, R. König, D. Johannsmann, „*Contact Stiffness of Sphere-Plate Contacts at MHz Frequencies: Dependence on Normal Load, Oscillation Amplitude and Ambient Conditions*”, *Beilstein J. Nanotechnol.*, **2014**, 6, 845–856

R. König, A. Langhoff, D. Johannsmann, „*Steady flows above a quartz crystal resonator driven at elevated amplitude*”, *Phys. Rev. E* **2014**, 89

Weitere Publikationen:

K. Pohl, R. König, H. Römermann, M. Schulz, D. Johannsmann, „*Coarsening of the Pore Network in Drying Latex Films upon Interparticle Aggregation*“, *Langmuir* **2014**, 30, 9384 - 9389

*„Leben ist das was passiert,
während du beschäftigt bist, andere Pläne zu machen.“*

John Lennon

1	Einleitung und Aufgabenstellung	1
2	Einführung in die Tribologie	3
2.1	Einzelkontaktmodelle	5
2.2	Multikontaktmodelle	10
3	Einführung in die Schwingquarzmikrowaage (QCM)	16
3.1	Quarzresonatoren.....	18
3.2	QCM zur Oberflächenanalyse	21
4	Kontaktmechanik mit der QCM	24
4.1	Small-Load-Approximation	25
4.2	Kraft-Auslenkungs-Beziehungen	27
5	Raue Oberflächen	33
5.1	Präparation.....	33
5.2	Bestimmung der RMS-Werte	35
5.3	Bestimmung des Höhenprofils	36
5.4	Leistungsspektrum der Oberflächenrauheit.....	39
5.5	Bestimmung der fraktalen Dimension.....	43
5.6	Bestimmung der mittlere Oberflächensteigung.....	45
5.7	Zusammenfassung zu rauen Oberflächen.....	46
6	Oberflächenbeschichtung.....	49
6.1	Synthese des Polymethylmethacrylates.....	49
6.2	Beschichtungsverfahren	49
6.3	Bestimmung der Oberflächenstruktur	50
7	Tribologische Versuchsaufbauten	53
7.1	Schaltkreise und Netzwerkanalysatoren.....	53
7.2	Quarzhalter und Versuchsaufbau.....	55
8	Kontaktsteifigkeit und Reibungskoeffizient beim Einzelkontakt bei hohen Scheramplituden	58
8.1	Bestimmung unter kleinen Lasten	58

8.2	Bestimmung unter großen Lasten	62
8.3	Zusammenfassung zum Einzelkontakt.....	68
9	Kontaktsteifigkeiten und Reibungskoeffizienten rauer Oberflächen unter hohen Scheramplituden	73
9.1	Bestimmung unter hohen Drücken	73
9.2	Bestimmung bei niedrigen Drücken	86
9.3	Zusammenfassung zu rauen Oberflächen	89
10	Untersuchungen der Obertonabhängigkeit bei niedrigen Scheramplituden.....	92
10.1	Zusammenfassung der Obertonabhängigkeit.....	99
11	Junction Growth	101
12	Fretting Wear.....	105
13	Stationäre Strömungen auf dem Quarz	111
13.1	Untersuchung des Strömungsverhaltens auf dem Quarz	116
13.2	Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit.....	118
14	Energy Trapping	121
15	Zusammenfassung und Ausblick	125
16	Experimenteller Teil.....	131
16.1	Anrauen der unterschiedlichen Oberflächen.....	131
16.2	Messung der Höhenprofile.....	132
16.3	Synthese von Polymethylmethacrylat.....	132
16.4	Beschichtung von Schwingquarzen	132
16.5	Schichtdickenbestimmung	133
16.6	Kalibrierung der Messaufbauten.....	134
16.7	Allgemeine Arbeitsanweisung für tribologische Messungen	135
16.8	Messungen zur Strömungsgeschwindigkeit.....	146
16.9	Durchführung der Messungen zum Energy Trapping.....	148
17	Anhang.....	151

17.1	Literatur	151
17.2	Variablen und Konstanten	155
17.3	Abkürzungsverzeichnis	158
17.4	Danksagung	159

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Auf kontaktmechanische Phänomene trifft man nicht nur in der Forschung, sondern sie begleiten uns auch im Alltag. Ohne Haftung und Reibung würde die Welt, so wie wir sie kennen, nicht funktionieren. Als ein beliebtes Beispiel für die trockene Adhäsion wird der Gecko genommen. Er kann mühelos eine Wand entlanggehen ohne herunter zu fallen. Seine enorme Adhäsionsstärke beruht zum Großteil auf dem Sachverhalt, dass er statt eines großen Kontakts viele kleine Kontakte durch die Oberflächenstrukturierung seiner Füße mit einer Oberfläche ausbildet. Neben der Adhäsion ist die Reibung von großer Bedeutung. Diese kann gewollt sein – etwa während des Bremsvorgangs bei dem Auto oder der Bahn – wird aber gleichzeitig auch Verschleiß verursachen und einen höheren Energieaufwand bedeuten.

Tribologie beschäftigt sich mit Reibungsphänomenen. Anhand von Größen wie Reibungskoeffizient und Kontaktsteifigkeit kann ein tribologisches System näher beschrieben werden. Neben der untersuchten Reibung kann auch Verschleiß auftreten. Die tribologischen Effekte treten auf unterschiedlichen Längenskalen auf, die in Nano-, Mikro- und Makroskala eingeteilt werden. Die Nanoskala beschäftigt sich mit einem einzelnen Kontakt. Mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie konnte die Nanotribologie bereits sehr gut erforscht werden.^[1] Der „Single-Asperity-Contact“ kann auch auf der Mikroskala untersucht werden, jedoch befasst sich die Mikrotribologie zusätzlich mit tribologischen Phänomenen, die bei rauen Oberflächen – „Multi-Asperity-Contact“ – auftreten. Sie stellen eine große Herausforderung dar. Für die Erschließung des Gebiets wurde eine Vielzahl an unterschiedlichen Simulationen und Modellen zur Beschreibung derartiger Oberflächen entwickelt.^[2–4] Bei der Tribologie der rauen Oberflächen gibt es eine Vielzahl von Einflussfaktoren, die zu beachten sind.

Tribologische Systeme können mit Hilfe von dynamischen Messungen untersucht werden. Die erhaltenen Kraft-Auslenkungs-Beziehungen können sich je nach Stärke der Auslenkung im linearen oder nicht-linearen Bereich befinden. Unter hohen Scheramplituden können nicht-lineare Effekte untersucht werden. Die Schwingquarzmikrowaage (QCM) hat sich als geeignete Messmethode für die Untersuchungen des Einzelkontakts herausgestellt. In einer vorhergehenden Arbeit konnte bei kleinen Kugeln ein Stick-Slip-Mechanismus festgestellt werden, jedoch konnten nur qualitative Ergebnisse erhalten werden.^[5] In der vorliegenden Arbeit sollte eine Weiterentwicklung der Messmethode erreicht werden, mit der

es möglich wird, nicht nur quantitative Werte für die Kontaktsteifigkeit und den apparenten Reibungskoeffizienten zu erhalten, sondern auch raue Oberflächen zu untersuchen. Die tribologischen Untersuchungen der rauen Oberflächen erfolgten unter den folgenden Fragestellungen:

- Ist es möglich raue Oberflächen mit der QCM zu vermessen?
- Kann ein Reibungskoeffizient und eine Kontaktsteifigkeit auch für raue Oberflächen bestimmt werden?
- Wo liegen die Unterschiede zwischen rauen Oberflächen und Einzelkontakten?
- Welchen Einfluss hat die Oberflächenstruktur auf die Ergebnisse der tribologischen Messungen?

Aufgrund des apparativen Schwerpunkts und der vielen unterschiedlichen Messungen, die mit der Schwingquarzmikrowaage durchgeführt wurden, wird zunächst eine allgemeine Einführung in die Tribologie gegeben. Um ein Verständnis für die durchgeführten Untersuchungen zu erlangen, wird auf das Messverfahren näher eingegangen.

Nicht-lineare Effekte treten nicht nur in der Kontaktmechanik auf, sondern auch bei Flüssigkeiten. Durch den nicht-linearen Term der NAVIER-STOKES-Gleichung können diese Effekte näher beschrieben werden. Als Nebenanwendung können piezoelektrische Materialien in der Mikrofluidik als Pumpen genutzt werden – sog. „surface acoustic wave devices“.^[6–8] Es konnte bei der Schwingquarzmikrowaage erfolgreich das Auftreten von stetigen Strömungen nachgewiesen werden. Wodurch eine genauere Aufklärung der Quarzbewegungen möglich ist.

2 Einführung in die Tribologie

Die Auseinandersetzung mit Reibungsphänomenen reicht bis zum Pyramidenbau der Ägypter zurück. Die Fragestellungen waren damals wie heute ähnlich: Je nach Anwendungszweck möchte man einen möglichst großen oder kleinen Reibungswiderstand, um entweder die Reibung gezielt als Bremswirkung einzusetzen oder zu verringern um einen geringen Kraftaufwand zu erhalten. DA VINCI war einer der ersten, der diese Art von Phänomen wissenschaftlich anging, und in seinem Codex Madrid I niedergeschrieben hat. Er stellte fest, dass sich der Reibungswiderstand in Abhängigkeit von der Normalkraft verändert, jedoch nicht von der wahren Kontaktfläche abhängt. Genauso wie damals die Ägypter zeigte DA VINCI, dass die Reibungskraft durch Schmiermittel oder durch Kräfteverteilung über ein Rollsystem verringert werden kann.^[9]

Der Zusammenhang zwischen Reibung und Normalkraft wurde erstmals 1699 von AMONTON, bekannt als AMONTONS Gesetz (1), festgehalten. Dieses führt den Reibungskoeffizienten μ als Proportionalitätsfaktor zwischen Reibungskraft F_R und Normalkraft F_N ein.

$$F_R = \mu \cdot F_N \quad (1)$$

COULOMB hat einen großen Beitrag zu diesem Forschungsgebiet geleistet. Er bestätigte nicht nur AMONTONS Gesetz, sondern untersuchte auch die trockene Reibung näher. Er unterschied als erster zwischen Haft- und Gleitreibung und konnte diese auch quantifizieren. Bei der trockenen Reibung ist hervorzuheben, dass sie scheinbar weder von der Kontaktfläche noch von der Rauheit der Oberflächen abhängig ist. Generell gilt, um einen Körper, der auf einem Substrat liegt, aus seiner Ruhelage zu bringen, muss erst einmal eine kritische Kraft überwunden werden um ihn in Bewegung zu versetzen. Diese Kraft ist zur Normalkraft proportional. COULOMB benannte den Proportionalitätsfaktor als statischen Reibungskoeffizienten μ_s . Dem steht die Gleitreibung gegenüber: Hierbei wirkt eine Widerstandskraft beim Bewegen des Objektes über eine Oberfläche, die nach der Überwindung der Haftung übrig bleibt. Außerdem stellte er fest: Wenn ein Objekt längere Zeit an einem Ort ist, nimmt die Haftreibungskraft zu.^[10] In der Praxis können Haft- und Gleitreibung nicht so strikt voneinander getrennt werden und treten zum Beispiel unter tangentialer Bewegung der Oberfläche in einem Stick-Slip-Mechanismus gekoppelt auf. Ein Kontakt kann bei einer

kleinen tangentialen Bewegung im Randbereich ein Gleiten („Partial Slip“) erfahren, in der Mitte des Kontakts jedoch noch anhaften („Stick“, s. Abbildung 1). Durch Vergrößerung der Auslenkung der tangentialen Bewegung kann ein Übergang von Partial Slip in ein makroskopisches Gleiten des gesamten Kontakts stattfinden.^[11,12]

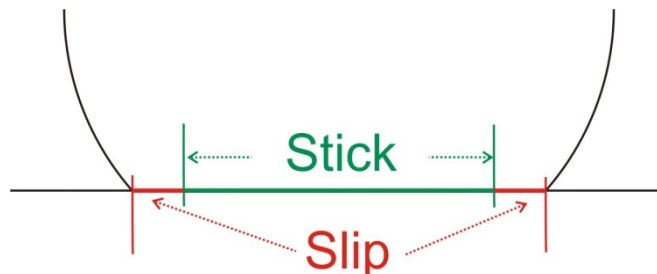


Abbildung 1 – Partial Slip beim Einzelkontakt

Allerdings wurde das heutige Gebiet erst 1966 von JOST erschlossen, der eine umfassende Studie zur volkswirtschaftlichen Bedeutung von Reibung und Verschleiß durchführte. Aus dieser Studie ging das heutige Forschungsgebiet der Tribologie (das Gebiet der Reibungslehre) hervor und wurde definiert als die relative Bewegung von wechselwirkenden Oberflächen („Interacting Surfaces“) und deren Anwendungsgebieten in Technik und Wissenschaft.^[13,14] Für den Begriff „Interacting Surfaces“ kann alternativ allgemein von Wirkflächen oder wechselwirkenden Oberflächen gesprochen werden.

Die Reibungslehre stellt zum Einen aufgrund des Multiskalenproblems eine große Herausforderung dar. Zum Andern müssen viele Faktoren miteinbezogen werden, z.B. die Beschaffenheit der Oberfläche und Umgebungseinflüsse wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit. Die Rauheit der Oberfläche spielt eine wichtige Rolle: Sie hat Einfluss auf die wahre Kontaktfläche, auf Spannungen, die an den Kontakten entstehen und darauf, wie sich ein Schmiermittel auf der Oberfläche ausbreitet. Der zweite wichtige Aspekt ist die chemische Beschaffenheit der Oberfläche und die daraus resultierenden Eigenschaften wie z.B. weich oder hart, hydrophob oder hydrophil. In Abschnitt 5 wird noch näher auf die Rauheit der Oberfläche eingegangen.

Für raue Oberflächen können unterschiedliche Reibungsmechanismen auftreten (s. Abbildung 2). Adhäsion und Dämpfung stellen teilweise noch gewollte Mechanismen dar, plastische Deformation und Furchenbildung zählen zu Abrieb und Verschleiß. In dieser Arbeit wurde der Verschleiß, der bei einer periodischen Tangentialbewegung auftritt

(„Fretting Wear“), näher untersucht. Dieser wird durch die allgemeinen Vibrationen in einem System – z.B. einer Maschine – ausgelöst und führt dadurch zu einer geringeren Lebensdauer.

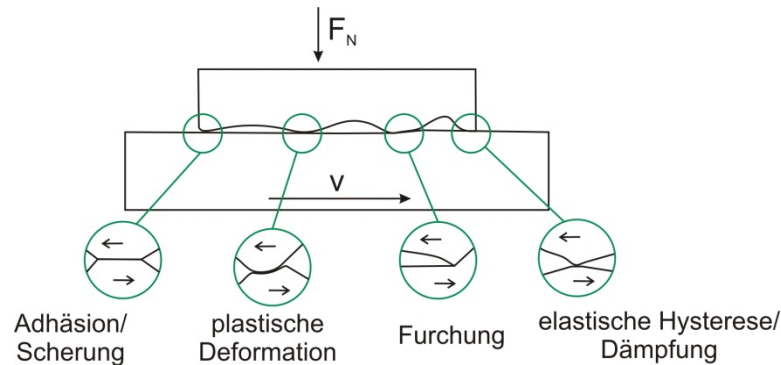


Abbildung 2 – Tribologische Faktoren, die auftreten wenn zwei Oberflächen miteinander in Kontakt kommen (nach [14])

Im Folgenden wird näher auf die unterschiedlichen kontaktmechanischen Modelle eingegangen – angefangen beim klassischen Einzelkontaktproblem ohne Adhäsion, das von HERTZ gelöst worden ist, bis hin zum Modell von JOHNSON, KENDALL und ROBERTS (JKR-Modell), das die Adhäsion miteinbezieht.^[15–17] Für diese Arbeit sind insbesondere die Multi-kontaktprobleme relevant. Deren Untersuchungen haben BOWDEN und TABOR durch die Berücksichtigung der Rauheit vorangebracht.^[18]

2.1 Einzelkontaktmodelle

In dieser Arbeit liegt der Fokus auf den Untersuchungen rauer Oberflächen. Diese lassen sich durch eine Vielzahl von Einzelkontakten (sog. „Asperiten“) beschreiben. Betrachtet man eine starre Kugel auf einer ideal glatten Oberfläche, bildet diese einen Punktkontakt. Bezieht man die elastische Deformation in das Modell mit ein, folgt das HERTZsche Kontaktmodell. Aus dem Modell geht hervor, dass der Kontaktradius a_{Hertz} zum Einen vom Radius R der Kugel und zum Anderen von der ausgeübten Kraft F_N abhängig ist (s. Gleichung 2).^[15]

$$a_{\text{Hertz}}^3 = \frac{R}{E^*} \cdot F_N \quad (2)$$

Durch die elastische Konstante E^* (auch biaxialer Modul genannte) wird die elastische Deformation mit einbezogen. Diese ist gegeben durch

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (3)$$

mit dem Elastizitätsmodul E_i und der POISSON-Zahl ν_i des Materials i.

In der Weiterentwicklung des HERTZ-Modells von JOHNSON, KENDALL und ROBERTS werden die kurzreichweitigen Oberflächenkräfte mit berücksichtigt.^[16,17]

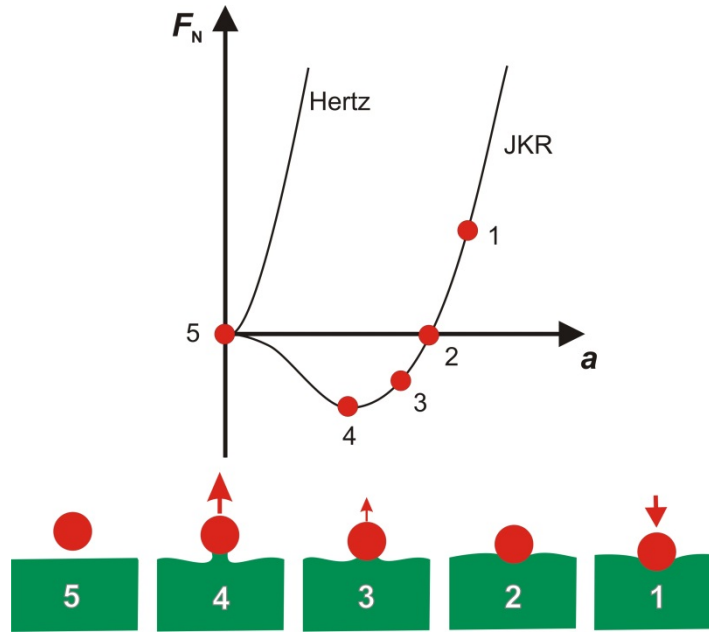


Abbildung 3 – Vergleich zwischen HERTZ und JKR-Modell in einem Diagramm. Auftragung der Normalkraft F_N gegen den Kontaktradius a (nach [19])

In Abbildung 3 ist dargestellt, wie sich der Kontaktradius mit der Normalkraft bei einem adhäsiven Kontakt gegenüber dem HERTZschen Kontaktmodell verändert. Am Punkt 1 wird die Kugel in das Material gedrückt und anschließend mit einer Zugkraft wieder entfernt. Generell wird der Kontaktradius mit stetig ansteigender Zugkraft von Punkt 2 zu Punkt 4 kleiner. Durch Einbeziehung der Oberflächenkräfte kommt es zu einem sogenannten Adhäsions-Hals. Bei einer bestimmten kritischen Zugkraft kommt es zu einem Abreißen der Kugel vom Substrat. Die kritische Abreißkraft $F_{\text{pull-off}}$ ist gegeben durch

$$F_{\text{pull-off}} = -3 \pi R \gamma_{12} \quad (4)$$

Sowohl die Grenzflächenenergie γ_{12} der beiden Materialien als auch der Radius R spielen eine Rolle. Betrachtet man den Kontaktradius, wird beim JKR-Modell noch die Oberflächenenergie \mathcal{W}_{12} und Normalkraft F_N miteinbezogen.

$$a_{\text{JKR}}^3 = \frac{R}{E^*} \left[F_N + 3\pi R W_{12} + \sqrt{6\pi R W_{12} F_N + (3\pi R W_{12})^2} \right] \quad (5)$$

Ein weiteres Modell ist das von DERJAGUIN, MULLER und TOPOROV (DMT-Modell). Hierbei geht es um harte Partikel, die sich nicht durch die Oberflächenkräfte deformieren. Es wird die Adhäsion aufgrund von langreichweitigen Wechselwirkungen berücksichtigt.^[20–22] Erst TABOR stellte heraus, dass sich beide Modelle in zwei unterschiedlichen Extrema bewegen, die Realität liegt aber meist zwischen den Modellen.

Es wurde der TABOR-Parameter μ eingeführt, der einen Richtwert darstellt welches Modell am besten anwendbar ist. Der Parameter μ stellt dabei das Verhältnis aus elastischer Deformation der Oberfläche zum Zeitpunkt des Abreißens und der Reichweite z_0 der effektiv wirkenden Oberflächenkräfte dar.^[23]

$$\mu \equiv \left(\frac{R \gamma^2}{E^* z_0^3} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (6)$$

Mit Hilfe von Abbildung 4 kann abgelesen werden, für welchen Bereich welches Modell gilt. Generell kann das JKR-Modell bei großen weichen Kugeln angewendet werden, das DMT-Modell eher bei kleinen harten Kugeln. Des Weiteren stehen noch das Modell von MAUGIS-DUGDALE und das von BRADLY für steife Materialien zur Verfügung.

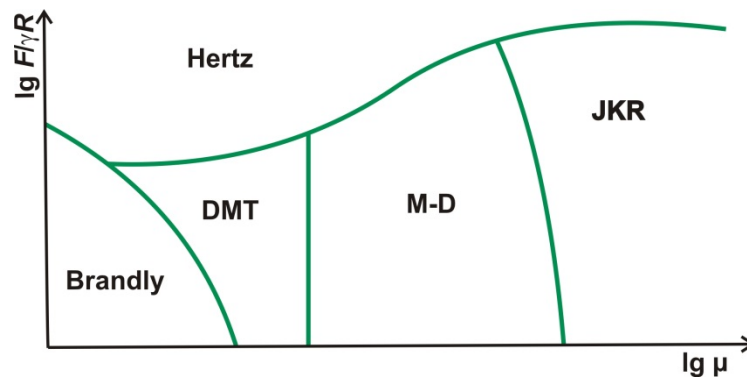


Abbildung 4 – Schematische Einteilung der unterschiedlichen Modelle nach dem Parameter μ (nach [23])

2.1.1 Partial Slip – Das CATTANEO-MINDLIN-Model

Im Unterschied zu den oben besprochenen Modellen geht es in dieser Arbeit nicht nur um eine vertikal ausgeübte Kraft beim Kontakt zwischen zwei Medien, sondern es kommt eine zusätzliche tangential Komponente hinzu. Bei der Beanspruchung eines Kontaktes in tangentialer Richtung müssen Haft- und Reibungskräfte mitberücksichtigt werden.

Als Beispiel zur Veranschaulichung werden zwei Kugeln genommen. Diese werden mit einer Kraft F_N aneinandergedrückt. Zusätzlich werden beide in tangentialer Richtung mit einer Kraft F_T gegeneinander verschert. Unter der Annahme COULOMBScher Reibung gilt, dass die maximale Haftreibungsspannung $\sigma_{H,max}$ und Gleitreibungsspannung σ_G gleich sind und diese über einen Proportionalitätsfaktor mit der Normalspannung σ_N verknüpft sind.

$$\sigma_{H,max} = \sigma_G = \mu \cdot \sigma_N \quad (7)$$

Geht man von einer vollständigen Haftung der beiden Körper aneinander aus, erhält man folgende Verteilung der Normalspannung σ_N und Tangentialspannung σ_T : Die Normalspannung ist in der Mitte des Kontaktes am größten und geht am Rand gegen Null. Bei der Tangentialspannung verhält es sich genau umgekehrt: Diese besitzt in der Mitte des Kontakts ihr Minimum und strebt am Rand gegen unendlich (s. Abbildung 5).

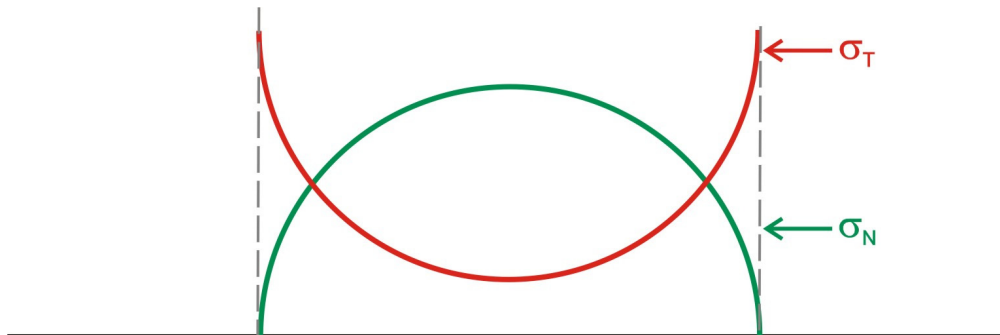


Abbildung 5 – Spannungsverteilung von Normal- und Tangentialkomponente bei vollständiger Haftung

Dieses steht im Widerspruch zur Haftbedingung $\sigma_T \leq \mu \sigma_N$. Die Schlussfolgerung ist, dass im Randbereich ein Gleiten stattfindet, wohingegen bei kleinen tangentialen Kräften ein Haften in der Mitte erfolgt. Die Kontaktfläche kann in zwei Bereiche eingeteilt werden (s. Abbildung 6). Im Englischen wird auch von „Partial Slip“ gesprochen. Wie groß das Haftgebiet tatsächlich ist, kann durch die Beziehung $\sigma_T = \mu \sigma_N$ berechnet werden.

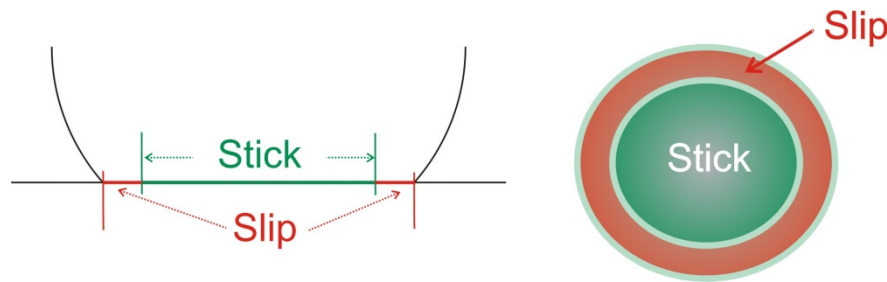


Abbildung 6 – Aufteilung der Kontaktfläche in zwei Teile: In der Mitte das Haftgebiet („Stick-Zone“) und am Rand der Gleitbereich („Slip-Zone“)

Für die Berechnung der veränderten Spannungsverteilung und Veränderung der Kontaktfläche gibt es unterschiedliche Modelle. In dieser Arbeit wird der Fokus auf das Modell von CATTANEO und MINDLIN gelegt.^[24,25] CATTANEO und MINDLIN erweiterten das HERTZsche Kontaktmodell um einen Term, der die tangentialen Komponente berücksichtigt und zusätzlich den Partial Slip am Rand mit einbezieht. Für das Modell wurden bestimmte Annahmen getroffen.^[12] Es handelt sich um zwei identische elastische Kugeln. Die Verteilung der Normalspannung und der Kontaktfläche, die aus der Normalkraft resultiert, bleiben bei Ausübung der tangentialen Kraft gleich. Um den Fall zu umgehen, dass die tangentialen Spannung am Rand gegen unendlich geht, wurde angenommen, dass die Spannungen über ein partielles Gleiten abgebaut werden. Partial Slip startet am Rand des Kontaktes und propagiert radial in das Zentrum.

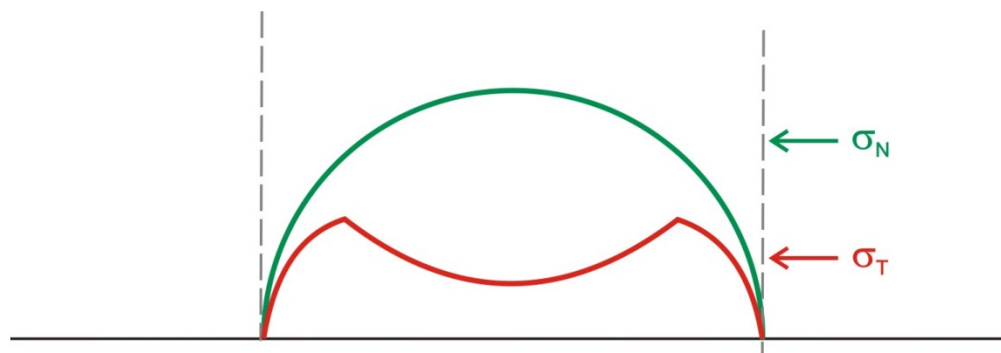


Abbildung 7 – Spannungsverteilung von Normal- und Tangentialspannung nach dem Modell von CATTANEO und MINDLIN

Der generelle Vorgang, dass man von einer Haft- in eine Gleitreibung übergeht, hat sich jetzt geändert. Im Randbereich findet man Partial Slip, so dass das Haftgebiet letztlich immer kleiner wird bis bei Veränderung der Stärke der tangentialen Bewegung ein komplettes Gleiten des Kontakts erfolgt. Mittels des Modells kann der Radius des Haftgebiets bestimmt werden.

SAVKOOR hat ein anderes Modell entwickelt um Partial Slip zu erklären. Hierbei wird eine konstante tangentielle Spannung im Randbereich angenommen.^[26] Die Messergebnisse beim Einzelkontaktproblem und bei rauen Oberflächen weisen eher einen Verlauf nach dem CATTANEO-MINDLIN-Modell auf, das im Slip-Bereich $\sigma_T = \mu \cdot \sigma_N$ annimmt.^[5,27] Aus diesem Grund wurde das SAVKOOR-Modell nicht weiter betrachtet.

2.2 Multikontaktmodelle

Bei den unterschiedlichen Multikontaktmodellen spielt oft die Art der Betrachtung der Oberflächenrauheit eine Rolle. Als Pioniere auf diesem Gebiet stellten sich BOWDEN und TABOR heraus, die erstmals auf die Rauheit hingewiesen haben und das Konzept der wahren Kontaktfläche einbrachten.^[28] Hierbei soll die Normalkraft F_N proportional zur realen Kontaktfläche A_{real} sein. Diese beiden Variablen sind über einen Proportionalitätsfaktor H , der die Härte des Materials angibt, verknüpft. In diese Betrachtung gehen allerdings weder die genaue Anzahl der Kontaktstellen noch die Größe der Kontakte ein.

$$F_N = H \cdot A_{\text{real}} \quad (8)$$

Die Weiterentwicklung eines Modells, das auch elastische Deformation miteinbezieht, haben unter anderem ARCHARD und später GREENWOOD und WILLIAMSON vorgeschlagen^[29,31,32]. Das ARCHARD-Modell geht von einer fraktalen Oberfläche aus. Es wird von einer Kraftumverteilung ausgegangen, allerdings nicht die tatsächliche Geometrie berücksichtigt. Die Kontakte sind zwar elastisch, sollen aber kaum miteinander wechselwirken. Folgende allgemeine Schlüsse können aus seinem Modell gezogen werden: Die Anzahl an Kontakten nimmt mit steigender Normalkraft zu, jedoch wird durch die größere Lastverteilung ein einzelner Kontakt unabhängig von der Normalkraft.^[29,30]

GREENWOOD und WILLIAMSON stellten 1966 ein weiteres Modell vor um Kontakte bei rauen Oberflächen zu beschreiben. Dieses ist in mancher Hinsicht deutlich leichter anzuwenden. Bei diesem Modell wird von einer Oberfläche ausgegangen, die sich aus Asperiten (sog. Rauheitsspitzen) zusammensetzt. Diese haben alle den gleichen Krümmungsradius, können aber in ihrer Höhe variieren (s. Abbildung 8). Die Höhenverteilung kann über eine GAUSSverteilung angenähert werden. Das Ergebnis ist, dass sich selbst bei einer zufälligen Verteilung der Höhen ein linearer Zusammenhang zwischen Normalkraft und elastischer Deformation ergibt.^[32,33]

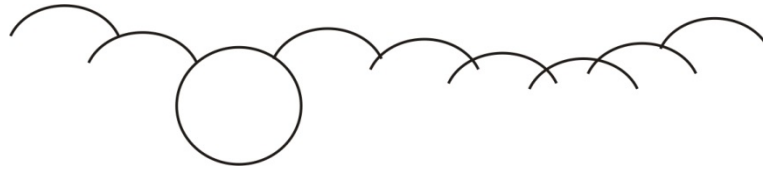


Abbildung 8 – stochastische Oberfläche nach dem Modell von GREENWOOD und WILLIAMSON (nach [11])

Betrachtet man raue Oberflächen, stellt sich oft die Frage, wie die Rauheit der Oberfläche mit den kontaktmechanischen Eigenschaften zusammenhängt. Diese wurde in den oben beschriebenen Modellen berücksichtigt. Es stellt sich die Frage, wie eine raue Oberfläche charakterisiert werden kann. Zum Beispiel trifft ARCHARD in seinem Modell die Annahme, dass die Oberfläche sich wie eine hierarchische Struktur aufbaut, die annähernd fraktal ist (s. Abbildung 9). Kleine kugelartige Erhebungen werden auf größere kugelartige Erhebungen gesetzt. Die reale Kontaktfläche ist dabei proportional zur ausgeübten Kraft.

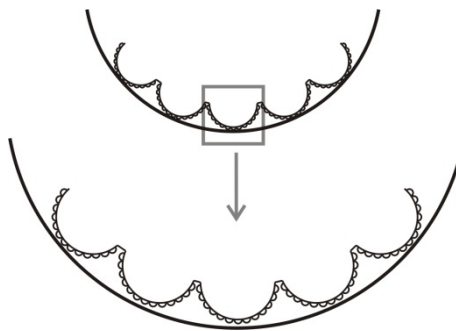


Abbildung 9 – Fraktale Oberfläche nach der Modelvorstellung ARCHARDS (nach [30])

Bei der Kontaktmechanik von rauen Oberflächen muss genau definiert werden, um welche Art von Kontaktflächen es sich handelt. Als scheinbare Kontaktfläche wird oft die komplette Fläche bezeichnet, die in Kontakt gebracht wird. Das ist allerdings nur die sichtbare Kontaktfläche. Die eigentlichen Bestrebungen gehen dahin, die reale Kontaktfläche zu kennen um kontaktmechanische Größen, wie Reibungskoeffizient oder Kontaktsteifigkeit, zu bestimmen. Unter der realen Kontaktfläche werden die Bereiche gefasst, die sich tatsächlich berühren (s. Abbildung 10, rote Kreise).

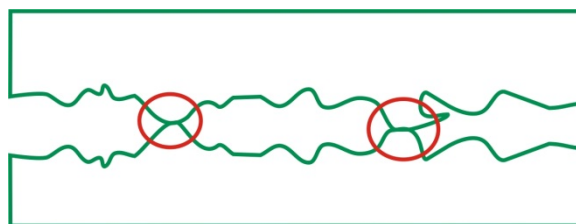


Abbildung 10 – Schematische Darstellung von zwei Oberflächen, die eine reale Kontaktfläche miteinander ausbilden (rote Kreise)

Alle kontaktmechanischen Modelle, die oben beschrieben sind, gehen von der Annahme aus, dass die reale Kontaktfläche A_{real} deutlich kleiner ist als die scheinbare Kontaktfläche A . Sie wird dabei durch viele kleine Kontakte beschrieben, die mit dem HERTZkontakt angenähert werden können. Diese Modelle haben zwei große Nachteile: Zum Einen vernachlässigen sie die Wechselwirkung mit anderen Kontakten. Die Deformation einer Kugel, die in Kontakt mit einer ebenen Fläche kommt, erfolgt nicht nur lokal, sondern sie kann sich ausbreiten und damit einen weiter weg liegenden Kontakt betreffen. Weiterhin können die Modelle nur angewendet werden, wenn die reale Kontaktfläche deutlich kleiner ist als die gesamte Oberfläche, die man durch genügend Druck in Kontakt bringen könnte.

PERRSON beschreibt einen anderen Ansatz, der im Vergleich zu den oben beschriebenen Modellen, die kleinen Kontakten annehmen, wird hier von großen Kontakten ausgeht. Die Grenze des Modelles ist erreicht, wenn beiden Oberflächen komplett aneinandergedrückt sind. Dann kann eine exakte Druckverteilung an der Grenzfläche bestimmt werden.^[34] Bei diesem Modell können auch die Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Kontakten mitberücksichtigt werden. Geht man von einem kleinen Anpressdruck der beiden Oberflächen aneinander aus, ist die reale Kontaktfläche proportional zur Normalkraft. Der Anpressdruck kann solange erhöht werden bis sich die reale Kontaktfläche zur gesamten Oberflächengröße ausgedehnt hat. Für die Berechnung der kontaktmechanischen Eigenschaften benötigt das Model nur das Leistungsspektrum der Oberfläche $C(q)$. Dieses kann aus dem Höhenprofil der Oberfläche bestimmt werden.

2.2.1 Oberflächencharakterisierung

Um eine Oberfläche zu beschreiben, hat man unterschiedliche Arten der Bestimmung für Rauheitswerte. Der RMS-Wert („root-mean-square“) R_{RMS} ist einer der bekanntesten Parameter und ist auch in dieser Arbeit benutzt worden. Daneben gibt es unter anderem den Mittelrauwert oder die gemittelte Rautiefe. Je nach Beschaffenheit des Werkstücks und benutzter Methode um diese zu bestimmen, wird einer dieser Parameter ausgewählt. Der RMS-Wert ist der quadratische Mittelwert über alle Profilwerte des gemessenen Rauheitsprofils.

$$R_{\text{RMS}} = \sqrt{\frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^N z_i^2} \quad (9)$$

Die Variable z gibt dabei die Höhenabweichung vom Mittelwert von der jeweiligen Messung i über die Gesamtanzahl N an. Viele Oberflächen sind in ihrer Beschaffenheit über bestimmte Längenskalen selbstaffin. Selbstaffin oder auch fraktal bedeutet, dass bei Vergrößerung der Oberfläche immer wieder dieselben Strukturen sichtbar werden (s. Abbildung 9). PERSSON hat die Auswirkung der fraktalen Eigenschaft einer Oberfläche auf die Kontaktmechanik näher untersucht.^[4] Es gibt zwei Parameter um die fraktale Oberflächen zu charakterisieren: Zum Einen der HURST-Exponent H und zum Andern die fraktale Dimension D_f . Diese beiden hängen folgendermaßen miteinander zusammen:

$$H = 3 - D_f \quad (10)$$

In dieser Arbeit wurde die Kapazitätsdimension zur Berechnung der fraktalen Dimension verwendet. Als Beispiel kann man eine Strecke nehmen, die in Quadrate einer bestimmten Länge eingeteilt werden. Bei diesem eindimensionalen Beispiel würde N die Anzahl der Quadrate sein und λ die Seitenlänge des Quadrates darstellen. D_f wäre in diesem Fall Eins. Wird ein Dreidimensionaler Fall betrachtet kann die fraktale Dimension durch folgenden Grenzwert definiert werden.

$$D_f = \lim_{\lambda \rightarrow 0} \frac{-\log N(\lambda)}{\log \lambda} \quad (11)$$

Die Auftragung der Rauheit von fraktale Oberflächen folgt in einem Leistungsspektrum oft Potenzgesetzen. Ihre statistischen Eigenschaften zeigen Invarianz bei einer Skalentransformation. Zur Charakterisierung von rauen Oberflächen kann ein sogenanntes Leistungsspektrum $C(q)$ bestimmt werden.

$$C(q) = \frac{1}{(2\pi)^2} \int d^2x \langle h(x)h(0) \rangle e^{-iq \cdot x} \quad (12)$$

Die Höhe wird durch $z = h(x)$ gegeben. Dabei wird h so definiert, dass $\langle h \rangle = 0$ ist. Die Klammern stehen für eine Mittelung über alle unterschiedlichen Oberflächen, die gleiche statistische Eigenschaften haben. Für selbstaffine Oberflächen sieht das Leistungsspektrum $C(q)$ wie folgt aus:

$$C(q) \sim q^{-2(H+1)} \quad (13)$$

Werden reale Oberflächen betrachtet, dann gilt dieser Zusammenhang meist nur in einem bestimmten Bereich $q_0 < q < q_1$ des Wellenvektors. Ein typisches Leistungsspektrum geht vom langen Wellenlängenvektor q_0 bis hin zum kurzen Wellenlängenvektor q_1 (s. Abbildung 11). Bei realen Oberflächen wird oberhalb des Wellenvektors q_0 („roll-off“) das Leistungsspektrum konstant. Das ganze Spektrum ist begrenzt durch die laterale Größe L , wodurch der kleinste mögliche Wellenvektor im Bereich von $q_L = \pi/L$ liegt. ^[4,35,36]

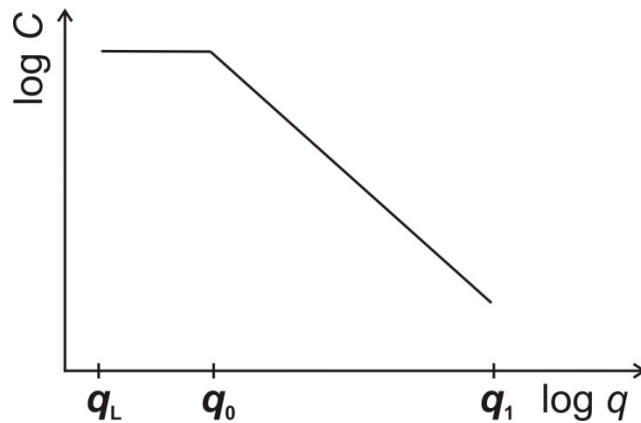


Abbildung 11 – Beispielhaftes Leistungsspektrum einer fraktalen Oberfläche im Bereich von $q_0 < q < q_1$ (nach [4])

Der Unterschied zum quadratischen Mittelwert liegt darin, dass dieser durch die längste Wellenlänge bestimmt wird, hingegen die mittlere Neigung und Krümmung der Oberflächenstruktur durch die kürzeste. Im Leistungsspektrum kann die RMS-Amplitude am Knick des konstanten Teils zur Gerade abgelesen werden. Um den HURST-Exponenten zu bestimmen, wird die Steigung im unteren Teil der Gerade abgenommen.

ROBBINS führte noch eine weitere Größe ein, die zur Charakterisierung von Oberflächenrauheiten dienen soll. Wenn man von einer rauen selbstähnlichen Oberfläche ausgeht, bei der die Rauheit zwischen zwei Grenzen liegt. Dann würde die RMS-Rauheit über einen Abstand r , der sich zwischen diesen Grenzen befindet, mit r^H skalieren. Hierbei ist H der HURST-Exponent. Diese Größe reicht jedoch nicht aus um eine Oberfläche vollständig zu charakterisieren. Hierfür wird noch der Gradient des RMS-Werts herangezogen, der auch als mittlere Oberflächensteigung bezeichnet wird. ^[37,38]

$$R_{\text{RMS}} \equiv \sqrt{\langle |\nabla h|^2 \rangle} \quad (14)$$

2.2.2 Junction Growth und Fretting Wear

Bei der Untersuchung von rauen Oberflächen unter Ausübung starker Drücke und gleichzeitiger tangentialer Bewegung kommt es zu Verschleiß bzw. Abrieb der Oberfläche. Der Reibverschleiß ist bedingt durch eine zyklische Bewegung, die zwischen zwei oszillierenden Oberflächen auftreten kann. Die Abnutzung durch Reibung aufgrund von oszillierender Bewegung („Fretting Wear“) kann durch die Belastung des Kontaktes, Materialeigenschaften sowie die Umgebung hervorgerufen werden. Dieser Verschleiß kann in maschinellen Komponente auftauchen, die einer Vibrationsquelle ausgesetzt ist.^[39]

Bei rauen Oberflächen treten die gleichen Mechanismen auf, wie bei einem einzelnen Kontakt. Unter der Annahme, dass keine tangentiale Bewegung stattfindet, haften die beiden Oberflächen mit ihrer gesamten Kontaktfläche aneinander. Bei Einsetzen einer tangentialen Bewegung mit kleinen Auslenkungen geht die vollständige Haftung in einen Partial-Slip-Mechanismus über, bei dem findet im Randbereich partielles Abgleiten stattfindet bis die Auslenkung so groß ist, dass ein vollständiges Gleiten einsetzt. Durch diesen Mechanismus wird der Verschleiß an Maschinen und Geräten hervorgerufen.

Ausgehend davon, dass Reibung dort stattfindet, wo sich zwei Oberflächen berühren und durch Adhäsion aneinander haften, werden Kontaktflächen zwischen den Oberflächen ausgebildet – bedingt durch gebildete einzelne Kontaktpunkte („Junction“). Es hat sich herausgestellt, dass sowohl der Anpressdruck als auch die tangentiale Bewegung verantwortlich für die Ausbildung solcher Kontaktpunkte sind. Werden zwei Oberflächen mit einer Kraft F_N aneinander gepresst, dann bildet sich nach der Gesetzmäßigkeit, dass der Normaldruck proportional zur Normalkraft durch die Kontaktfläche ist, an den jeweiligen Erhebungen eine reale Kontaktfläche $A_{\text{real},0}$ aus. Kommt jedoch noch eine tangentiale Spannung hinzu, kann es zu einer Vergrößerung der Kontaktfläche A_{real} durch die Verschiebung der beiden Oberflächen um eine minimale Auslenkung gegeneinander kommen. Mit steigender tangentialer Spannung vergrößert sich somit die Kontaktfläche.^[40] Das Wachstum dieser Bereiche mit steigender Auslenkung nennt man „Junction Growth“. Es handelt sich dabei um kleine Auslenkungen, so dass der Kontakt noch nicht zum Abgleiten gebracht wird.

3 Einführung in die Schwingquarzmikrowaage (QCM)

Mittlerweile gilt die Schwingquarzmikrowaage (QCM) als Standardmessmethode zur Wägung dünner Schichten oder auch zur Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften. Die Bandbreite des Einsatzgebietes der QCM ist sehr groß: Es können jegliche Arten von weicher Materie untersucht werden – angefangen von der Viskosität von Polymerschichten über adsorbierte Biomoleküle oder auch Polyelektrolytmultischichten. Hinzu kommt, dass die QCM auch für die Elektrochemie genutzt werden kann. Ein weiteres Anwendungsgebiet bilden die tribologischen Untersuchungen. Durch SAUERBREY wurde die QCM das erste Mal als Schichtdickenmonitor eingesetzt.^[41] Durch die SAUERBREY-Gleichung (27) kann aus der Frequenzverschiebung die Masse eines Films bestimmt werden. Anfang der 1980er Jahre erkannte man zudem, dass nicht nur die Frequenzverschiebung, sondern auch die Halbwertsbreitenverschiebung wichtige Informationen zum untersuchten System liefert kann. Aus der Halbwertsbreitenverschiebung können die viskoelastischen Eigenschaften der zu untersuchenden Flüssigkeit ermittelt werden.

Das Herzstück der QCM bildet der Schwingquarz. Bei Quarzen handelt es sich um SiO_2 -Einkristalle, die bei Raumtemperatur als α -Quarze vorliegen. Aufgrund ihrer piezoelektrischen, mechanischen und thermischen Eigenschaften sind Quarze interessant. Die verwendeten Schwingquarze liegen in der α -Modifizierung vor. Die thermische Stabilität von Quarzen hängt vom Kristallschnitt ab, genauso wie die mechanischen Eigenschaften. In dieser Arbeit wurden Dickenscherschwinger mit AT-Schnitt verwendet.^[42] Bei einem Dickenscherschwinger verschieben sich die beiden größeren Oberflächen gegeneinander (s. Abbildung 12). Neben dem Dickenscherschwinger gibt es noch die Längenschwinger, Biegeschwinger oder auch die Stimmgabelschwinger. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit werden die Dickenscherschwinger als Schwingquarze bezeichnet.

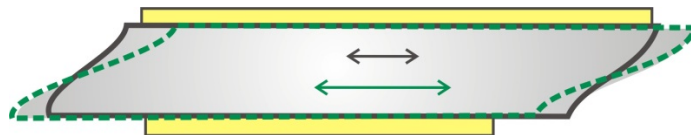


Abbildung 12 – Schematische Abbildung eines Dickenscherschwingers bei zwei unterschiedlich großen Auslenkungen (schwarz schwächer als grün)

Die Funktionsweise der Quarze beruht auf dem piezoelektrischen Effekt. Das Wort „piezo“ stammt aus dem Griechischen und bedeutet pressen oder drücken. Durch

mechanische Druck auf eines piezoelektrischen Elements kann elektrische Spannung erzeugt werden.^[43,44] Eine Anwendung hierfür ist das Feuerzeug: Durch mechanisches Drücken wird ein Funke erzeugt, der das brennbare Gas entzündet. Dieser Effekt tritt auch umgekehrt auf. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung, kann es zu mechanischer Deformation kommen. Befindet sich der Quarz zwischen zwei Kondensatorplatten im elektrischen Feld, verschiebt sich das Dipolmoment im Kristall und mechanische Spannungen resultieren, die zu einer Scherbewegung führen.

Bei Schwingquarzen hängt die Resonanzfrequenz f_0 von der Dicke des Quarzes d_{Quarz} ab. Ebenfalls ist diese von der Schallgeschwindigkeit c_s im Quarz (3400 ms^{-1}) und der Wellenlänge, die durch die Dicke des Quarzes mit dem Zusammenhang $d_{\text{Quarz}} = \lambda/2$ ersetzt werden kann, abhängig.

$$f_0 = \frac{c_s}{\lambda} = \frac{c_s}{2d_{\text{Quarz}}} \quad (15)$$

Bei Schwingquarzen befindet sich der Schwingungsknoten innerhalb des Resonators. Bei Schwingquarzen können im Regelfall nur die ungeraden Harmonischen zur Schwingung angeregt werden. Bei Anregung der geraden Harmonischen, würde auf beiden Seiten gleiches Potential erzeugt werden. Dieses führt aber nicht zu einer elektrischen Spannung zwischen den Elektroden. Die Anregung der geraden Harmonischen ist folglich aus Symmetriegründen nicht möglich.

$$f_n = n \cdot f_0 \quad (16)$$

Die Definition der Obertöne erfordert eine gewisse Aufmerksamkeit. Wird eine akustische Schwingung betrachtet, dann können auch die geraden Obertonordnungen zur Schwingung angeregt werden. Eine Obertonordnung von drei bedeutet, dass der zweite Oberton angeregt wurde. Der erste Oberton wäre die akustische Schwingung bei der zweiten Obertonordnung. Beim Schwingquarz können nur ungerade Obertonordnung angeregt werden.

3.1 Quarzresonatoren

Es gibt drei unterschiedliche Methoden um die Parameter des Quarzresonators zu bestimmen. Wichtig dabei sind Resonanzfrequenz f_0 , Bandbreite Γ_0 (auch halbe Halbwertsbreite genannt), Amplitude A und Güte- oder Qualitätsfaktor Q , der definiert ist als $Q = f_0/(2\Gamma_0)$. Die drei unterschiedlichen Methoden sind ein einfacher Oszillatorschaltkreis, Impedanzanalyse und Ring-down Verfahren. In dieser Arbeit wurde ausschließlich mit dem Prinzip der Impedanzanalyse gemessen. Die anderen Methoden sind in der weiterführenden Literatur beschrieben.^[45,46]

Wird mit dem Prinzip der Impedanzanalyse gearbeitet, gibt es zwei unterschiedliche Möglichkeiten den Quarz in den Schaltkreis einzubauen (s. Abbildung 13): Entweder wird in Transmission (links) oder Reflexion (rechts) gemessen.

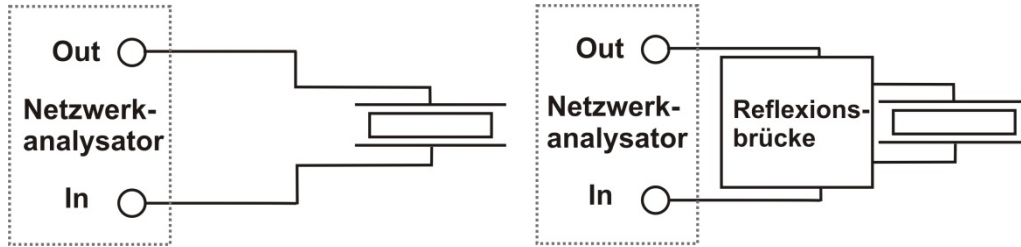


Abbildung 13 – Transmissions- und Reflexionsschaltkreis bei der Impedanzanalyse; links Schaltkreis A; rechts Schaltkreis B

Mit Hilfe eines Netzwerkanalysators kann die Impedanz Z (s. Gleichung 17), der komplexe Widerstand, oder die Admittanz Y (s. Gleichung 18), der komplexe Leitwert, des Quarzes als Funktion der Frequenz bestimmt werden.

$$Z = R + iX \quad (17)$$

$$Y = \frac{1}{Z} = G + iB \quad (18)$$

Um aus dem komplexen Leitwert Resonanzparameter zu erhalten, wird die Resonanzkurve mit einer Lorentz-Funktion angefitet.

$$G_{\text{fit}} = G_{\text{max}} \left[\frac{f^2(2\Gamma)^2}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \cos \varphi - \frac{2\Gamma f(f_0^2 - f^2)}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \sin \varphi \right] + G_{\text{off}} \quad (19)$$

$$B_{\text{fit}} = B_{\text{max}} \left[\frac{(2\Gamma)^2 f^2}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \sin \varphi - \frac{2\Gamma f(f_0^2 - f^2)}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \cos \varphi \right] + B_{\text{off}} \quad (20)$$

Hierbei sind G_{\max} die Amplitude, f_0 die Resonanzfrequenz, Γ die Halbwertsbreite, ϕ der asymmetrische Parameter und G_{off} sowie B_{off} der jeweilige Ordinatenabschnitt. Der asymmetrische Parameter ϕ beschreibt die Rotation der Resonanzkurve im Polardiagramm und hängt von der Kalibrierung ab.^[47]

Quarzresonatoren sind elektroakustische Koppler – hierbei kann die elektrisch gemessene Größe mit der akustischen (mechanischen) Größe verbunden werden. In guter Näherung kann für eine Quarzscheibe mit Elektroden der BUTTERWORTH-VAN DYKE – Ersatzschaltkreis aufgenommen werden.^[48] Das Ersatzschaltbild setzt sich aus einem akustischen und einem elektrischen Zweig zusammen.

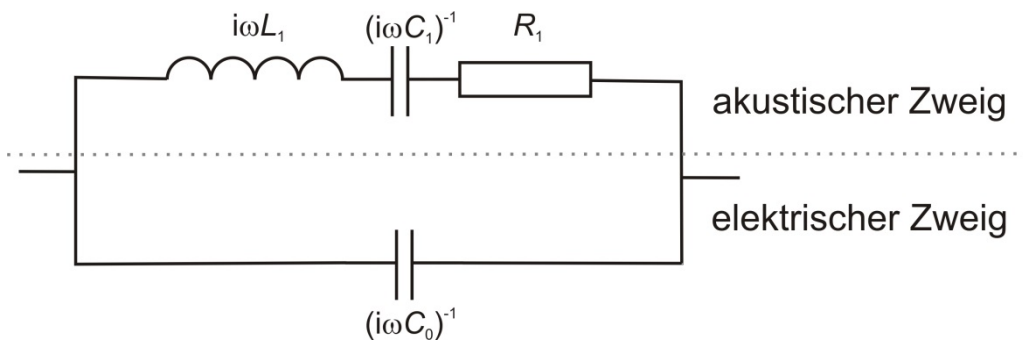


Abbildung 14 – Ersatzschaltkreis nach BUTTERWORTH-VAN DYKE für einen schwingenden Quarz^[49]

Der akustische Zweig setzt sich zusammen aus der akustischen Induktivität L_1 , der akustischen Kapazität C_1 und dem akustischen Widerstand R_1 . Die akustische Induktivität ist proportional zur Masse pro Einheitsfläche des unbedampften Quarzes. Die akustische Kapazität ist proportional zur inverse Steifigkeit des Quarzes ($\sim (G_{\text{Quarz}}/d_{\text{Quarz}})^{-1}$), mit G_{Quarz} als Schermodul. Der akustische Widerstand steht hierbei für die innere Dämpfung des Quarzes. Beim elektrischen Zweig ist C_0 die elektrische Kapazität zwischen den beiden Goldelektroden. Die Resonanzparameter sind gegeben durch:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \cdot \frac{1}{\sqrt{L_1 C_1}} \quad (21)$$

$$\Gamma_0 = \frac{1}{4\pi} \cdot \frac{R_1}{L_1} \quad (22)$$

$$Q = \frac{f_0}{2\Gamma_0} = \frac{2\pi}{R_1} \cdot \sqrt{\frac{L_1}{C_1}} \quad (23)$$

Der Ersatzschaltkreis kann beliebig erweitert werden. Eine homogene Schicht wird als Lastimpedanz im akustischen Zweig in Serie geschaltet. Auch das Modell der Small-Load-Approximation geht von diesem Schaltbild aus und erweitert dieses durch eine zusätzliche Lastimpedanz. Hieraus kann dann ein Kräftegleichgewicht aufgestellt werden (s. Abschnitt 4.1).

Für die kontaktmechanischen Messungen ist die Abhängigkeit der Frequenzverschiebung von der Auslenkung des Quarzes von großem Interesse. Neben einem Modell für die Berechnung der Auslenkung von KANAZAWA wurden auch Experimente mit dem Rastertunnelmikroskop (englisch: STM) durchgeführt um diese zu bestimmen.^[50,51] In dieser Arbeit wurde die Auslenkung des Quarzes („amplitude of motion“) über die Leistungstheorie ermittelt.^[52,53] Daraus ergibt sich, dass die Auslenkung u_0 direkt aus der an den Elektroden angelegten Spannung U_{el} berechnet werden kann.

$$u_0 = \frac{4}{\pi^2 n^2} d_{26} Q U_{\text{el}} \quad (24)$$

In die Berechnung geht der Qualitätsfaktor der Resonanzfrequenz sowie die piezoelektrische Steifigkeit d_{26} ($3.1 \cdot 10^{-12} \text{ Vm}^{-1}$) mit ein. Anstelle der angelegten Spannung wird häufig der Leistungspegel in der Einheit Dezibel angegeben, da in der Elektrotechnik damit einfacher gerechnet werden kann. Dabei entspricht 0 dBm der Leistung von 1 mW. Für die Schwingquarze kann die angelegte Leistung in eine elektrische Spannung umgerechnet werden:

$$U_{\text{el}} = 0.317 \text{ V} \cdot 10^{\frac{\text{Leistungspegel [dBm]}}{20}} \quad (25)$$

Bei dieser Betrachtung wird angenommen, dass der Quarz sich mit seiner gesamten Fläche verschiebt. Das heißt, dass sich die Ober- und Unterseite komplett gegeneinander verschieben. Dies ist im Realen nicht der Fall, sondern es zeigt sich eine laterale Amplitudenverteilung. Die laterale Auslenkung ist durch die Fläche der Elektroden zwischen denen sich der Quarz befindet begrenzt.

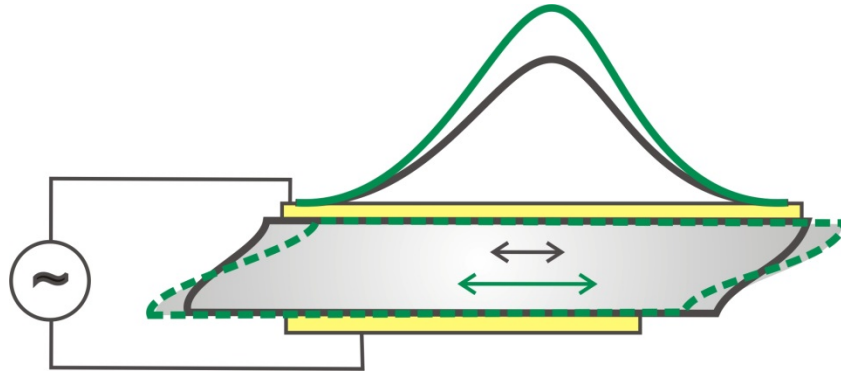


Abbildung 15 – Laterale Amplitudenverteilung bei unterschiedlichen angelegten Spannungen

Selbst zwischen den Elektroden gibt es keine homogene Auslenkung des Quarzes. Das Maximum der lateralen Amplitudenverteilung befindet sich im Zentrum und fällt zum Rand hin in etwa ein GAUSSprofil ab (s. Abbildung 15). Dieses Phänomen wird Energy-Trapping genannt. Die Amplitudenverteilung am Randbereich geht dabei allerdings nicht auf null.^[53,54]

$$u_r = u_0 e^{\left(-\frac{\omega r^2}{R_E^2}\right)} \quad (26)$$

Für die Scheramplitude u_r im Abstand r vom Zentrum des Quarzes spielen unter anderem die maximale Auslenkung im Zentrum u_0 , der Radius der Elektrode R_E und die Breite der GAUSSfunktion ω eine Rolle.

Unter der Annahme, dass der Energy-Trapping-Effekt durch die aufgedampften Elektroden hervorgerufen wird – sie bedecken den Quarz nur teilweise wodurch eine Anregung am Rand nicht stattfindet – sollte bei einem blanken Quarz, der durch ein äußeres elektrisches Feld angeregt wird, kein Energy-Trapping auftreten. Im Abschnitt 14 wird gezeigt, dass es selbst für den blanken Quarz eine Verteilung der Scheramplitude gibt.

3.2 QCM zur Oberflächenanalyse

Vielfältig wird die QCM schon als Schichtdickenmonitor eingesetzt. SAUERBREY legte hierfür den Grundstein.^[41] Durch die Verschiebung der Resonanzfrequenz kann die adsorbierte Masse auf dem Quarz gemessen werden. Die Verschiebung der Resonanzfrequenz erfolgt unter der Annahme einer starren dünnen Schicht zu niedrigeren Frequenzen (s. Abbildung 16). Dies hängt damit zusammen, dass die Dicke des Quarzes durch die Schicht zunimmt, wodurch die Welle einen längeren Weg im Medium zurücklegen muss (s. Formel 15).

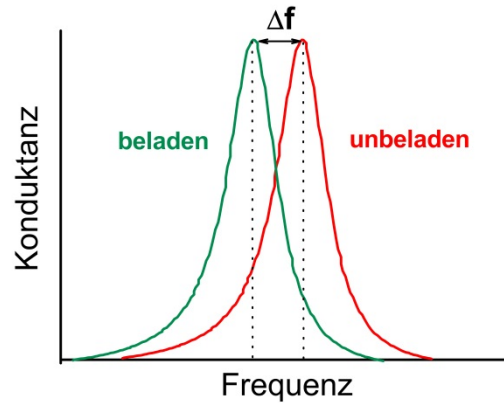


Abbildung 16 – Verschiebung der Resonanzfrequenz bei einer starren dünnen Schicht

Die aufgebrauchte Masse m_f kann dann aus der Frequenzverschiebung Δf bestimmt werden (s. Formel 27).^[41,55]

$$\Delta f = -\frac{2n f_0^2}{A_{\text{eff}} Z_q} m_f \quad (27)$$

mit der Resonanzfrequenz f_0 , der effektiven Fläche des Quarzes A_{eff} und der akustischen Impedanz des Quarzes Z_q ($8.8 \cdot 10^6 \text{ kgm}^{-2}\text{s}^{-1}$). Die effektive Fläche des Quarzes wird aus der GAUSSverteilung berechnet und beträgt für einen 1 Zoll Quarz 33 mm^2 . Es sollte dabei bedacht werden, dass es sich nicht um einen idealen Film handeln muss, sondern dieser durchaus Inhomogenitäten aufweisen kann.

Eine weitere Möglichkeit ist die Nutzung der QCM als Rheometer um viskoelastische Eigenschaften zu bestimmen. Beim Vermessen einer viskosen Flüssigkeit im Vergleich zu einem starren Film wird der Quarz durch die Flüssigkeit gedämpft. Es erfolgt eine Verschiebung der Resonanzfrequenz zu geringeren Frequenzen aber gleichzeitig auch eine Verbreiterung der Kurve. Dieser Fall wurde von KANAZAWA beschrieben.^[56]

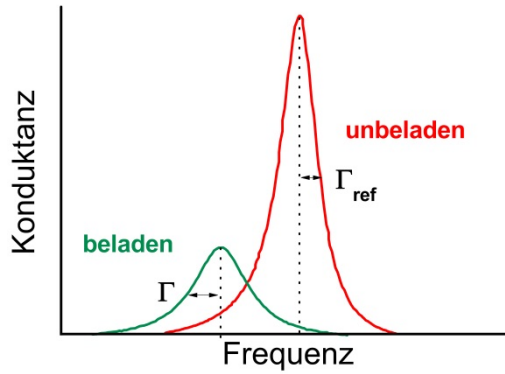


Abbildung 17 – Verschiebung der Resonanzfrequenz und Halbwertsbreite bei einem viskoelastischen Medium

Über die Veränderung der Halbwertsbreite kann unter anderem die Viskosität ausgerechnet werden.

$$\Delta f = -\Delta\Gamma = \frac{f_0^{3/2}}{Z_q} \sqrt{\frac{n\rho_1\eta_1}{\pi}} \quad (28)$$

Nach KANAZAWA ist die Halbwertsbreitenverschiebung $\Delta\Gamma$ proportional zur Quadratwurzel der Dichte ρ_1 und Viskosität η_1 der aufgetragenen Flüssigkeit.^[48,56]

Eine weitere – und für diese Arbeit die wichtigste – Methode die QCM zu nutzen, sind die Effekte, die bei hoher Schwingungsamplitude auftreten. Die Nutzung bezieht sich hierbei auf partikuläre Systeme, da hierbei eine Stresskonzentration am Kontakt auftritt. Die Abhängigkeit der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung der Schwingungsamplitude ist oft nicht-linear. Die Grundlagen hierzu werden in Abschnitt 4 beschrieben.

4 Kontaktmechanik mit der QCM

Auf die unterschiedlichen kontaktmechanischen Betrachtungen auf dem Quarz wird im Folgenden eingegangen. Hierbei wird zunächst der Sachverhalt für den Einzelkontakt – der meist als Punktkontakt angenähert werden kann – besprochen, bevor das Multikontaktproblem erörtert wird.

DYBWAD war einer der ersten, der die Schwingquarzmikrowaage für kontaktmechanische Untersuchungen genutzt hat. Er platzierte eine Kugel in der Mitte des Quarzes und beobachtete eine positive Frequenzverschiebung.^[57]

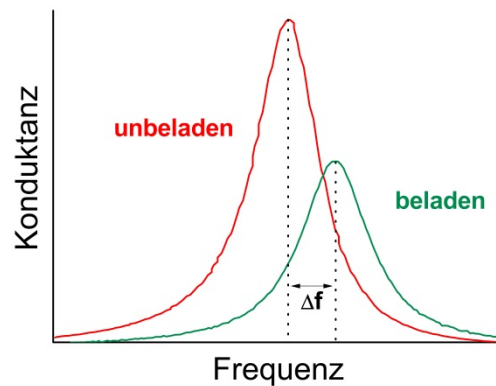


Abbildung 18 – Verschiebung der Resonanzfrequenz des Quarzes bei der Beladung mit einer Kugel

Diese Beobachtung stand im Gegensatz zu den Massenbelegungstheorien von SAUERBREY und KANAZAWA. Seine Erklärung geht davon aus, dass man ein mechanisches Modell annimmt. Hierbei wird die Kugel als eigener Resonator gesehen und man betrachtet das System von Quarz und Kugel als ein System gekoppelter Resonatoren. Die Kugel wird als Punktmasse m_K mit einer eigenen Resonanzfrequenz ω_K angenommen, die über eine Federkonstante an den Quarz gebunden ist. Bei diesem Modell kann zwischen zwei Grenzfällen unterschieden werden: Ist die Resonanzfrequenz der Kugel kleiner als die Resonanzfrequenz des Quarzes, wird die Kugel aufgrund ihrer Trägheit am Ort festgehalten. Durch die Trägheitskraft der Kugel, die als Gegenkraft zur Quarzbewegung wirkt, erhöht sich die Steifigkeit des Quarzes, wodurch folglich die Resonanzfrequenz steigt. Dieser Fall tritt bei großen Kugeln, die schwach an die Oberfläche gebunden sind, auf. Der zweite Fall liegt vor, wenn die Resonanz der Kugel größer ist als die des Quarzes. Die Resonanzfrequenz verschiebt sich zu kleineren Frequenzen wie bei SAUERBREY. Bedingung hierfür sind kleine

Kugeln, die eine starke Anbindung an die Quarzoberfläche haben.^[57–59] Sowohl der DYBWAD wie auch der SAUERBREY-Fall stellen die Grenzfälle des Modells der Small-Load-Approximation dar.

4.1 Small-Load-Approximation

Bei der Small-Load-Approximation (SLA) handelt es sich um ein Modell das den mechanischen Schaltkreis beschreibt. Die SLA steht für eine Näherung für kleine Lasten. Bei der SLA liegen im Vergleich zum DYBWAD-Modell, das sich nur auf einen Kugel-Platte-Kontakt bezieht, keine Beschränkungen vor.

Die Herangehensweise bei der SLA ist ähnlich wie beim Ersatzschaltbild für den Quarz. Das Ersatzschaltbild kann um eine zusätzliche Last erweitert werden (s. Abschnitt 3.1). Die SLA stellt den Zusammenhang zwischen der Verschiebung der Resonanzfrequenz und der Lastimpedanz Z_L her.^[60]

$$\frac{\Delta \tilde{f}}{f_0} = \frac{1}{2\pi} \frac{\tilde{\omega}_r - \tilde{\omega}_{\text{ref}}}{f_0} = \frac{i}{\pi Z_q} \tilde{Z}_L \quad (29)$$

Es wird angenommen, dass $\tilde{\omega}_r$ die Resonanzfrequenz des beladenen Quarzes ist und $\tilde{\omega}_{\text{ref}}$ die des unbeladenen Quarzes. Die Ausdrucksweise von beladenem und unbeladenem Quarz kommt aus dem englischen, da dort oft von der „load impedanz“ Z_L gesprochen wird. Für die SLA müssen die betrachteten Frequenzen nahe der Resonanzfrequenz liegen und die Frequenzverschiebung muss kleiner sein als die Resonanzfrequenz der Fundamentalen f_0 ($|\Delta \tilde{f}| \ll f_0$). Weiterhin muss die Lastimpedanz Z_L kleiner sein als die akustische Impedanz des Quarzes Z_q .

Unter der Annahme, dass die Frequenzverschiebung ein Maß für die auftretenden oszillatorischen Spannungen an der Quarzoberfläche ist, kann die Lastimpedanz durch den Quotienten aus tangentialer Spannung σ_{\parallel} und Geschwindigkeit v ersetzt werden.^[45] Beides sind komplexe Amplituden.

$$\frac{\Delta \tilde{f}}{f_0} = \frac{i}{\pi Z_q} \tilde{Z}_L = \frac{i}{\pi Z_q} \left\langle \frac{\sigma_{\parallel}}{v} \right\rangle \quad (30)$$

Wichtig hierbei ist, dass die auftretenden Spannungen über die Fläche gemittelt werden können, wodurch es möglich ist, auch die Anzahl an Objekten miteinzubeziehen.^[61]

Um die SLA auf das Model der gekoppelten Resonanzen zu beziehen, wird dieses zunächst beschrieben. Das mechanische Äquivalent stellt eine Kugel dar, die an einen Quarz gekoppelt ist.

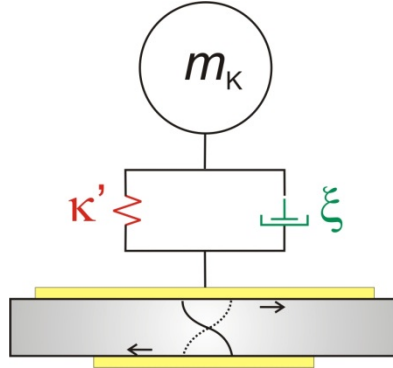


Abbildung 19 – Model zur Beschreibung gekoppelter Resonanzen (nach [58])

Die Kugel wird dabei als Punktmasse m_K angenähert. Die Kopplung an den Quarz wird durch eine Federkonstante κ auf der einen Seite und eine Dämpfungskonstante ξ auf der anderen Seite dargestellt. Die Kontaktsteifigkeit kann dann folgendermaßen ausgedrückt werden

$$\tilde{\kappa} = \kappa' + i\kappa'' = \kappa' + i\omega\xi \quad (31)$$

Die Partikelresonanz ist damit gegeben durch

$$\tilde{\omega}_K = \sqrt{\frac{\tilde{\kappa}}{m_K}} \quad (32)$$

Die beiden Kopplungskonstanten können wie bei den KIRCHHOFF'schen Regeln in die SLA anstelle der Lastimpedanz eingebaut werden.

$$\begin{aligned} \frac{\Delta f}{f_0} &= \frac{iN_K}{\pi Z_q} \left[\left(\frac{i\omega}{\tilde{\kappa}} \right) + \left(\frac{1}{i\omega m} \right) \right]^{-1} \\ \frac{\Delta f}{f_0} &= \frac{N_K}{\pi Z_q} \omega m \frac{\tilde{\omega}_K^2}{\omega^2 - \tilde{\omega}_K^2} \end{aligned} \quad (33)$$

Betrachtet man die beiden Grenzfälle von Gleichung (33), dann ist in einem Fall die Resonanzfrequenz des Quarzes deutlich kleiner als die Partikelresonanz. In diesem Fall kürzt sich in der Gleichung der hintere Term weg und man erhält, dass die Frequenzverschiebung bei zunehmender Beladung negativ wird (SAUERBREY-Verhalten).

$$\frac{\Delta f}{f_0} = -\frac{N_K}{\pi Z_q} \omega m \quad (34)$$

Im anderen Fall ist die Partikelresonanz kleiner. Das führt zu einer Erhöhung der Kontaktsteifigkeit und damit zu positiven Frequenzverschiebungen (DYBWAD-Verhalten).

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{N_K}{\pi Z_q} \frac{\kappa}{\omega} \quad (35)$$

4.2 Kraft-Auslenkungs-Beziehungen

In der Kontaktmechanik möchte man oft nicht-lineares Verhalten untersuchen. Darunter fallen zum Beispiel Adhäsionsmessungen, wenn eine Kraft aufgebracht werden muss um einen Kontakt zu lösen. Wird die Kraft-Auslenkungs-Beziehung angeschaut, bewegt man sich schon im stark nicht-linearen Bereich.

Mittels der QCM können solche Nichtlinearitäten gemessen werden. Hierfür muss der Zusammenhang zwischen der Scheramplitude, die sich auf die Auslenkung des Quarzes bezieht, und der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung hergestellt werden. Unter der Annahme, dass $\Delta f/f_0 \ll 1$ ist und der Quarz bei Beladung immer noch eine Sinusschwingung ausführen kann, ist es möglich über die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung diesen Zusammenhang aufzustellen.^[27,45,62]

$$\begin{aligned} \Delta f(u_0) + i\Delta\Gamma(u_0) &= \frac{N_K}{2n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \frac{2}{u_0} \langle F_{\parallel}(t) \exp(i\omega t) \rangle_t \\ &= \frac{N_K}{2n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \frac{2}{u_0} (\langle F_{\parallel}(t) \cos(\omega t) \rangle_t + i \langle F_{\parallel}(t) \sin(\omega t) \rangle_t) \end{aligned} \quad (36)$$

Mit der Annahme, dass $u(t) = u_0 \cos(\omega t)$ über einen Bereich teilweise monoton ist, kann in Gleichung (36) der zeitliche Mittelwert in einen Auslenkungsmittelwert transformiert werden. Die Begründung warum die Auslenkung $u(t)$ zeitharmonisch ist, erfolgt durch die Annahmen der Small-Load-Approximation. Das hat die Auswirkung, dass durch die QCM die Auslenkung kontrolliert und die Kraft gemessen wird. Bei der Transformation des zeitlichen Mittelwerts in den Auslenkungsmittelwert muss beachtet werden, dass für beide Auslenkungen ein separater Mittelwert gebildet wird. Bei der Funktion $f(t)$ wird die zeitliche

Kraft umgewandelt in eine Kraft die von u_N , u_0 und ω abhängt. Hierbei ist u_N die normierte Auslenkung ($u_N = u(t)/u_0(t) = \cos(\omega t)$). Bei der Betrachtung der Kräfte in Abhängigkeit von der Auslenkung wird die Geschwindigkeit nicht miteinbezogen. Als Ergebnis der Transformation erhält man für Δf und $\Delta \Gamma$

$$\Delta f(u_0) = \frac{N_K}{n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \frac{1}{u_0} \frac{1}{\pi} \int_0^1 (F_-(u_N, u_0, \omega) + F_+(u_N, u_0, \omega)) \frac{u_N}{\sqrt{1 - u_N^2}} du_N$$

$$\Delta \Gamma(u_0) = \frac{N_K}{n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \frac{1}{u_0^2} \frac{1}{2\pi} \int_{-u_0}^{u_0} (F_-(u_N, u_0, \omega) + F_+(u_N, u_0, \omega)) du$$
(37)

Der Term $u_N(1 - u_N^2)^{-1/2}$ gibt statistisches Gewicht, womit die Frequenzverschiebung zum gewichteten Mittelwert der beiden Kräfte wird. Die gewichtete Funktion weist einen scharfen Peak am Umkehrpunkt auf. Für die Halbwertsbreite wird aus Gleichung (37) erhalten, dass die Energiedissipation antiproportional zum Quadrat der Auslenkung ist. Mit Hilfe der beiden Gleichungen können die Verläufe von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung bei gegebener Abhängigkeit der Kraft von u_N , u_0 und ω berechnet werden. Der umgekehrte Weg ist nicht möglich, da bei Reibungsexperimenten oft ein hysteretisches Verhalten beobachtet werden kann.

Im Folgenden wird daher eine qualitative Betrachtung der Kraft-Auslenkungs-Beziehungen vorgestellt, um die daraus resultierenden Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen in Abhängigkeit von der Amplitude zu verstehen. Bezogen auf das Modell der gekoppelten Resonanzen werden zuerst die Fälle für eine HOOKESche Feder und einen Dämpfer betrachtet. Bei einer HOOKESchen Feder kann ein linearer Zusammenhang zwischen Kraft und Auslenkung angenommen werden. Die Steigung der Geraden ist ein Maß für die Frequenzverschiebung und somit für diesen Fall konstant (s. Abbildung 20).

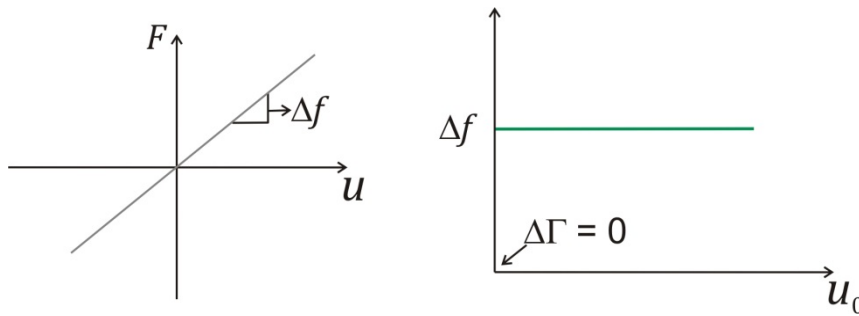


Abbildung 20 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) einer HOOKESchen Feder

Bei einem Dämpfer kann man einen kreisförmigen Verlauf der Kraft-Auslenkungsbeziehung annehmen. Die Fläche ist dabei proportional zur Halbwertsbreitenverschiebung und gibt das Maß der dissipierten Energie an. Dieses ist für einen Dämpfer konstant.

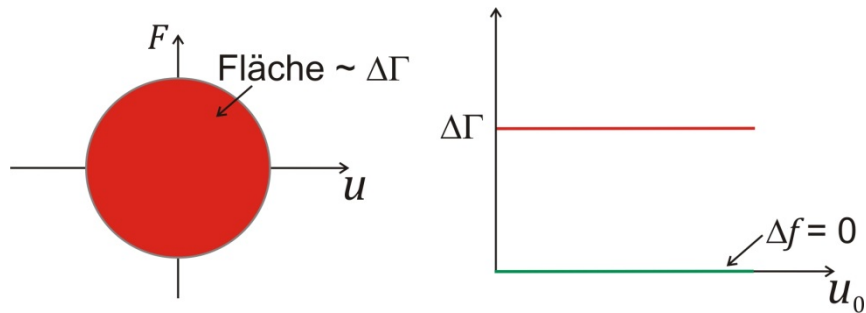


Abbildung 21 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) eines Dämpfers

Für den viskoelastischen Kontakt tritt beides ein. Die lineare Abhängigkeit der Kraft-Auslenkungs-Beziehungen der Umkehrpunkte bedeutet, dass die Frequenzverschiebung unabhängig von der Scheramplitude ist. Die dissipierte Energie skalieren mit dem Quadrat der Amplitude.

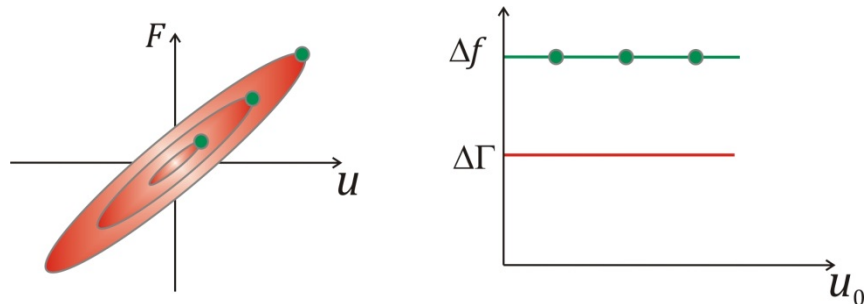


Abbildung 22 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) eines viskoelastischen Kontakts (nach [27])

Bezieht man die oben angesprochenen Beispiele auf das Einzelkontaktproblem nach CATTANEO-MINDLIN, dann könnte die Kraft-Auslenkungs-Beziehung und die daraus resultierenden Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen für den Fall des Partial Slip wie folgt aussehen.

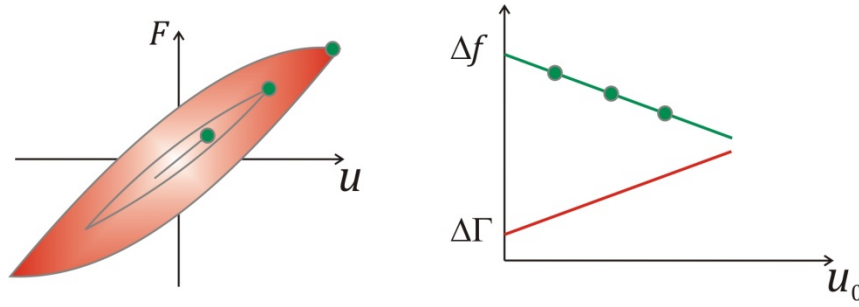


Abbildung 23 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) bei Partial Slip (nach [27])

Eine Kugel, die durch eine tangentielle Bewegung vom Haften ins Gleiten übergeht, erfährt Partial Slip im Randbereich. Je höher die Auslenkung der tangentialen Bewegung ist, umso größer wird der Bereich, in dem Partial Slip auftritt bis zum vollständigen Gleiten der Kugel. In diesem Fall wird von Gross Slip gesprochen. Wie schon in Abschnitt 2.1.1 beschrieben, wird bei diesem Modell von einer tangentialen Spannung im Randbereich ausgegangen, die proportional zur Normalspannung ist. Die Frequenzverschiebung nimmt linear mit der Scheramplitude ab. Die Halbwertsbreitenverschiebung zeigt genau den umgekehrten Verlauf (s. Abbildung 23). Mit Abnahme der Frequenzverschiebung bedeutet, dass sich der Anteil der gleitenden Fläche mit steigender Scheramplitude vergrößert bis die Kugel vollständig über die Oberfläche gleitet (s. Abbildung 24).

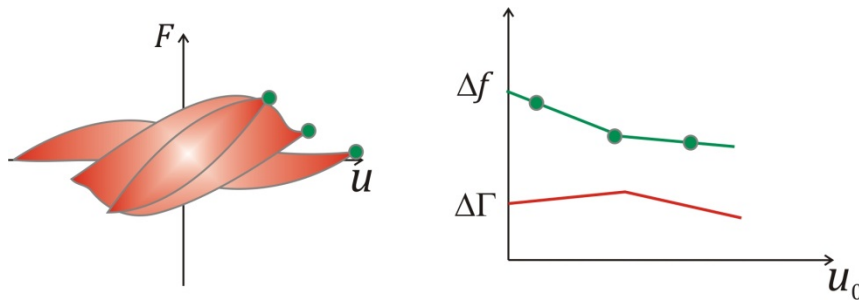


Abbildung 24 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) beim Gross Slip (nach [27])

Aus der Abhängigkeit der Frequenzverschiebung und der Halbwertsbreitenverschiebung von der Scheramplitude sowie der kann nach CATTANEO-MINDLIN die Kontaktsteifigkeit κ und der Reibungskoeffizient μ durch folgende Gleichungen (38) berechnet werden. Die exakte mathematische Herleitung kann der Literatur entnommen werden.^[27]

$$\Delta f(u_0) = \frac{N_K}{2n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \left(\kappa' - \frac{\kappa'^2}{3\mu_{\text{app},\Delta f} F_N} u_0 \right) \quad (38)$$

$$\Delta\Gamma(u_0) = \frac{N_K}{2n\pi^2 Z_q A_{\text{eff}}} \left(\kappa'' + \frac{4}{9\pi} \frac{\kappa'^2}{\mu_{\text{app}, \Delta\Gamma} F_N} u_0 \right)$$

Der dazugehörige Verlauf der Kraft-Abstands-Kurve und die daraus folgende Beziehung für Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung sind in Abbildung 25 dargestellt. Aus dem Ordinatenabschnitt kann die jeweilige Kontaktsteifigkeit berechnet und über die Steigung der Geraden von Δf und $\Delta\Gamma$ der apparente Reibungskoeffizient bestimmt werden. In diesem Fall wird vom apparenten Reibungskoeffizienten gesprochen, da nicht die Gleitreibung gemessen wird, sondern partielles Abgleiten im Randbereich. Es muss beachtet werden, dass dieses Modell für kleine Amplituden aufgestellt worden ist.

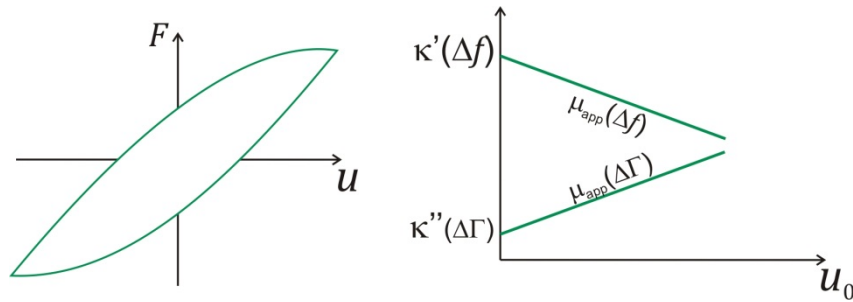


Abbildung 25 – Kraft-Auslenkungs-Beziehung (links) und Frequenz-Scheramplituden-Abhängigkeit (rechts) nach CATTANEO-MINDLIN-Modell

Bezieht man die beiden zu bestimmenden Größen auf raue Oberflächen, dann ist zu beachten, dass nicht mit einer Kraft, sondern mit einem Druck gearbeitet wird. Die Kontaktsteifigkeit S ist das Verhältnis aus tangentialer *Spannung* und *lateraler Verschiebung*. Die Kontaktsteifigkeit ist wieder eine komplexe Größe und setzt sich zusammen aus dem Realteil, der beim Einzelkontakt die Federkonstante darstellt, und dem Imaginärteil, der den Dämpfer repräsentiert.

$$\tilde{S} = S' + i S'' \quad (39)$$

Für die Frequenz- (40) und Halbwertsbreitenverschiebung (41) erhält man im Grenzfall kleiner Amplituden über die Herleitung der SLA folgendes. Die genaue mathematische Herleitung kann der Literatur entnommen werden.^[45]

$$\begin{aligned} \frac{\Delta f}{f_0} &= \frac{1}{\pi Z_q} \frac{S'}{\omega} \\ \Rightarrow S' &= 2\pi^2 n Z_q \frac{A_{\text{eff}}}{A_{\text{Kontakt}}} \Delta f \end{aligned} \quad (40)$$

$$\frac{\Delta\Gamma}{f_0} = \frac{1}{\pi Z_q} \frac{S''}{\omega}$$

$$\Rightarrow S'' = 2\pi^2 n Z_q \frac{A_{\text{eff}}}{A_{\text{Kontakt}}} \Delta\Gamma \quad (41)$$

Unter Einbeziehung des CATTANEO-MINDLIN-Models kann mittels der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung nach folgenden Gleichungen auch die apparente Kontaktsteifigkeit sowie der apparente Reibungskoeffizient für eine raue Oberfläche berechnet werden.

$$\Delta f(u_0) = \frac{i}{2n\pi^2 Z_q} \left(S' - \frac{1}{3\mu_{\text{app},\Delta f}} \frac{S'^2}{\sigma_N} u_0 \right)$$

$$\Delta\Gamma(u_0) = \frac{i}{2n\pi^2 Z_q} \left(S'' + \frac{4}{9\pi \mu_{\text{app},\Delta\Gamma}} \frac{S'^2}{\sigma_N} u_0 \right) \quad (42)$$

5 Raue Oberflächen

Um das in dieser Arbeit diskutierte Multikontaktproblem zu untersuchen, wurden Oberflächen mit unterschiedlichen Rauheiten hergestellt. In diesem Abschnitt geht es um die Präparation sowie die Charakterisierung dieser Oberflächen.

5.1 Präparation

Angelehnt an die Arbeiten von BERTHOUD und BAUMBERGER, in denen die Reibung an rauen Oberflächen auf makroskopischer Skala untersucht worden ist, wurden als Grundmaterialien PMMA- und Aluminium-Plättchen ausgewählt.^[63] PMMA hat den Vorteil, dass man einen glatten Film identischer chemischer Natur mittels Spin-Coating auf die Quarzoberfläche aufbringen kann. Die Plättchen wurden durch Reiben auf Schleifpapier angeraut. Die verwendeten Schleifpapiere sind mit ihrer Körnung und dem mittleren Korndurchmesser in Tabelle 1 angegeben. Beachtet werden sollte, dass ein großer Wert für eine Körnung einen kleinen mittleren Korndurchmesser bedeutet. Je höher der Wert der Körnung umso feiner ist das verwendete Schleifpapier. Damit ein möglichst gleichmäßiges Anrauen gewährleistet werden konnte, wurde das Plättchen in einem speziellen Halter befestigt, mit dem die komplette Fläche des Plättchens auf das Schleifpapier gedrückt wird. Ansonsten könnte es zu einem stärkeren Abrieb an den Rändern kommen. Es wurden unterschiedliche Körnungen der Schleifpapiere ausgewählt, um unterschiedliche Rauheiten auf den Materialien zu erzeugen. Nach dem Schleifen wurden die Plättchen gereinigt, um die Rückstände des Schleifpapiers zu entfernen (s. Abschnitt 16.1).

Tabelle 1 – Körnung der benutzten Schleifpapiere mit zugehöriger mittlerer Korngröße nach DIN 6344

Körnung	mittlerer Korndurchmesser [μm]
P240	58.5 ± 2
P320	46.2 ± 1.5
P800	21.8 ± 1

Mit den Plättchen wurde in unterschiedlichen Versuchsaufbauten gemessen. Bei einem wird der Quarz zwischen zwei Plättchen eingeklemmt. Diese beiden Plättchen werden im Folgenden mit „oberem“ und „unterem“ Plättchen beschrieben. Bei den behandelten PMMA-Plättchen kann ein Unterschied zwischen den verschiedenen Schleifpapieren schon allein durch visuellen Eindruck ausgemacht werden (s. Abbildung 26). Der Vergleich zwischen dem PMMA-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 behandelt wurde (s. Abbildung 26, A) und dem PMMA-Plättchen, das mit der feinsten Körnung P800 behandelt wurde (s. Abbildung 26, C), zeigt deutlich feineren Strukturen.

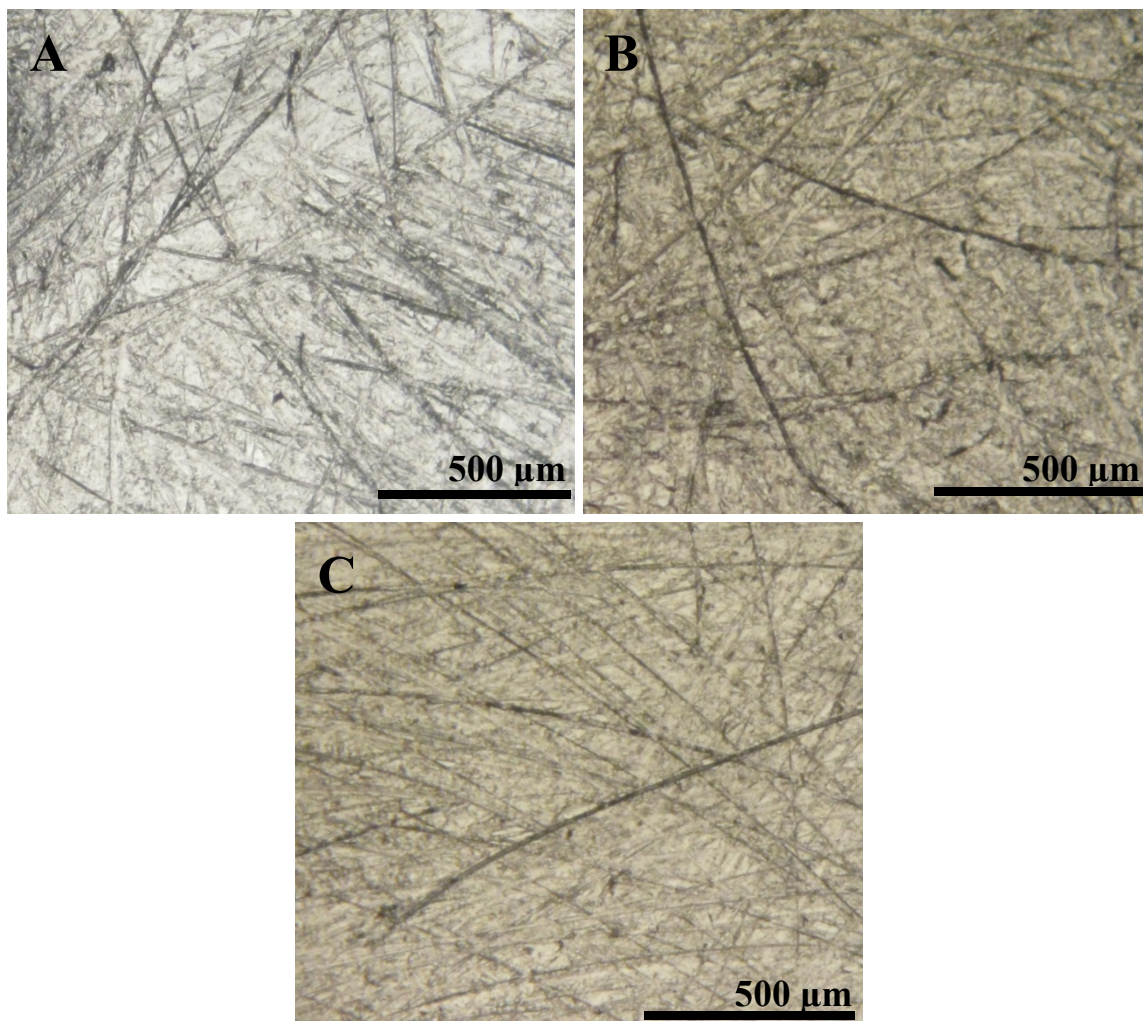


Abbildung 26 – Bilder von den – mit unterschiedlichen Schleifpapieren bearbeiteten – PMMA-Plättchen; A: mit Schleifpapier der Körnung P240; B: Schleifpapier der Körnung P320; C: Schleifpapier der Körnung P800

5.2 Bestimmung der RMS-Werte

Um die Rauheit der Oberfläche zu charakterisieren wurden unterschiedliche Methoden angewendet. Die einfachste ist, den RMS-Wert R_{RMS} mittels eines Profilometers zu bestimmen. Die Bestimmung erfolgt durch die Aufnahme des Höhenprofils. Dabei sollte beachtet werden, dass mit dem hier verwendeten Profilometer Tencor P1 (KLA-Tencor Corporation) nur eine Linie auf einer Fläche abgefahren wurde. Es kann daher nur eine Linienrauheit bestimmt werden, keine Flächenrauheit.^a Die Spitze des Profilometers hat eine Strecke von 1 mm abgefahren. Pro Probe wurden jeweils vier Messungen an unterschiedlichen Stellen auf der Probe durchgeführt und die sich daraus ergebenden Werte gemittelt. Das Ergebnis dieser Messungen ist in Tabelle 2 wiedergegeben.

Tabelle 2 – RMS-Werte der behandelten PMMA-Plättchen aus den Linienprofilometer-Messungen

verwendete Körnung	R_{RMS} [μm]
P240	1.47 ± 0.14
P320	1.57 ± 0.10
P800	0.82 ± 0.01

Hierbei fällt ins Auge, dass der RMS-Wert nicht mit steigender Körnung des Schleifpapiers abnimmt, sondern die Körnung P240 und P320 ähnliche Rauheit aufweisen. Dies kann daher kommen, dass die Körnungen des P240- und P320-Schleifpapiers von den mittleren Korngrößendurchmessern sehr ähnlich sind. Eine andere Ursache kann in der Messmethode begründet sein. Das spiegelt sich von der Tendenz auch in den Standardabweichungen wieder. Im Folgenden wird dieser Sachverhalt durch eine andere Bestimmung des RMS-Wertes geprüft.

Zum Beispiel kann mit Hilfe des Höhentopografieprofils ein flächenbezogener RMS-Wert berechnet werden. Wie die Höhenprofile entstehen wird im folgenden Abschnitt 5.3 erläutert. Zur besseren Vergleichbarkeit wird die Berechnung des RMS-Werts schon in diesem Abschnitt diskutiert. Für die Bestimmung der RMS-Werte aus den Höhenprofilen wurde die zum Mikroskop zugehörige Software benutzt (Leica Confocal Software).

^a Die Messungen der Linienrauheit wurden von T. PETERS am Institut für Nichtmetallische Werkstoffe durchgeführt.

Für die PMMA-Plättchen sind die berechneten Werte in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3 - Flächenbezogene RMS-Werte der behandelten PMMA-Plättchen

verwendete Körnung	R_{RMS} [μm]
P240	4.57 ± 1.02
P320	3.27 ± 0.59
P800	3.29 ± 0.79

Verglichen mit den Linienprofilwerten sind die RMS-Werte, die über die Fläche bestimmt worden sind, deutlich höher. Die PMMA-Plättchen, die mit der Körnung P240 bearbeitet wurden, weisen den größten Rauheitswert auf. Die Plättchen, die mit der Körnung P800 behandelt wurden, bilden nicht die glatteste Fläche. Im Rahmen der Standardabweichung bilden sie – zusammen mit der mittleren Körnung P320 – die glatteste Fläche. Bei der Flächenrauheit kann eine sehr hohe Standardabweichung beobachtet werden. Die RMS-Werte werden noch durch andere Analyseverfahren zur Charakterisierung von rauen Oberflächen ergänzt

5.3 Bestimmung des Höhenprofils

Um die unterschiedlichen Rauheitsparameter, wie zum Beispiel ein Leistungsspektrum des Oberflächenprofils oder einen flächenbezogenen RMS-Wert zu erhalten, benötigt man eine Höhentopografie der Probe. Diese wurden mit einem konfokalen Mikroskop (DM IRBE, konfokaler Scanner TCS SP2; Leica Microsystems GmbH) aufgenommen.

Die Durchführung der Messungen erfolgte immer nach dem gleichen Schema: Es wurde eine Fläche von $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ abgerastert. Hierfür wurde das Objektiv mit 20-facher Vergrößerung benutzt und die Öffnung der Lochblende auf $27 \mu\text{m}$ eingestellt. Um eine Aussage in z-Richtung zu erhalten, wurde von der Probe in gleichmäßigen Abschnitten ein xy-Bild aufgenommen. Diese Bilder wurden dann zu einem dreidimensionalen Bild zusammengefasst. Dabei liegen die Abstände, in denen die Bilder aufgenommen wurden, bei etwa $0.3 \mu\text{m}$.

Bei jeder Probe wird an drei unterschiedlichen Stellen das Höhenprofil aufgenommen. Für ein PMMA-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 angeraut wurde, sehen die aufgenommenen Höhenprofile wie folgt aus (s. Abbildung 27).

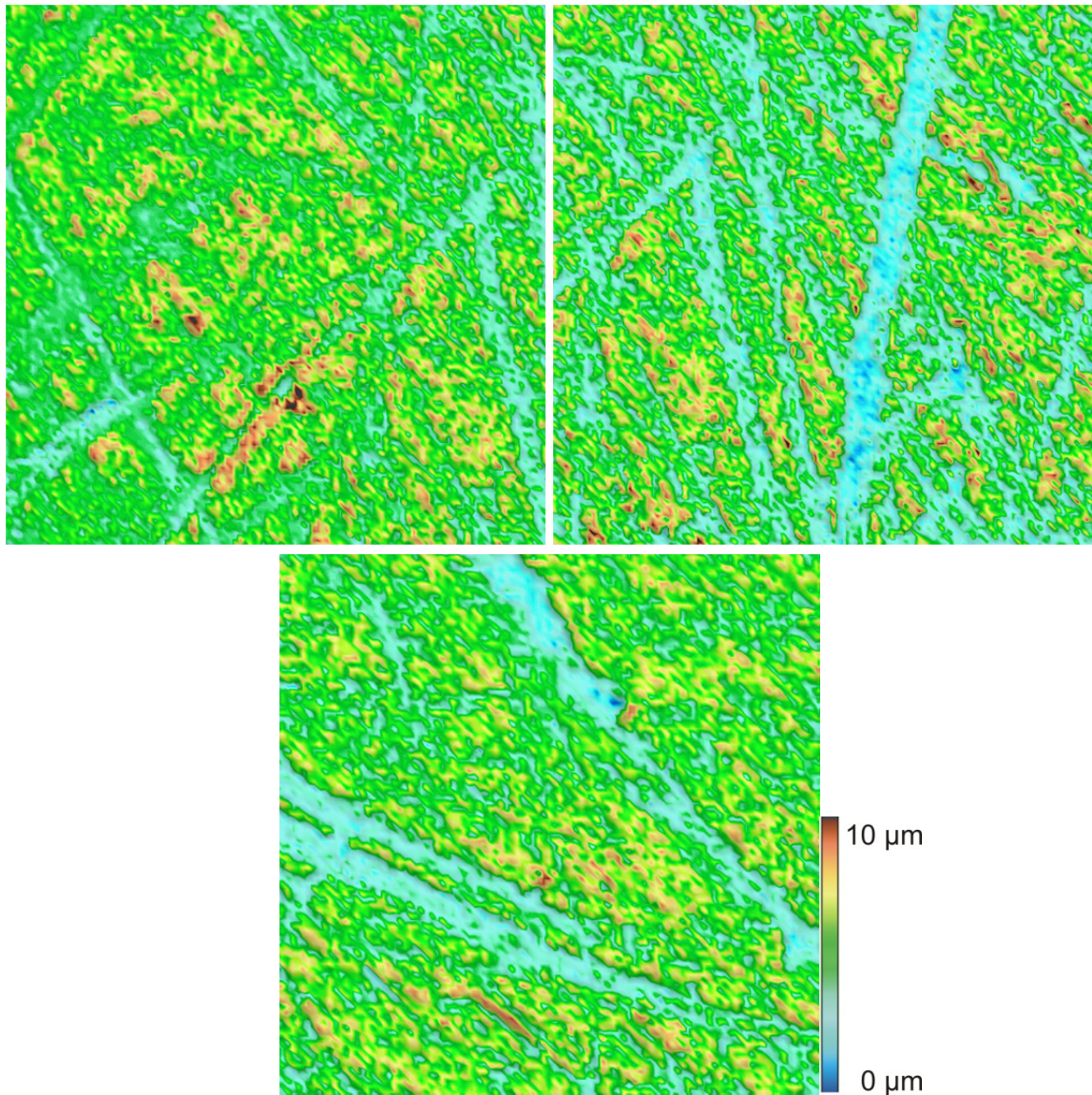


Abbildung 27 – Topografische Bilder an drei unterschiedlichen Stellen auf einem PMMA-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurde; xy-Ausschnitt entspricht $500\text{ }\mu\text{m} \times 500\text{ }\mu\text{m}$; die Höheninformation ergibt sich über die Farbe: blau – tiefe Stellen, braun – höchster Punkt

Es ist gut zu erkennen, wie unterschiedlich die Oberflächenstruktur ist. Die tiefen Furchen, die sich quer über die Oberflächen ziehen, werden wahrscheinlich wenig zum eigentlichen Kontakt beitragen. Die kleinen braunen bis gelben Flächen sind sehr interessant, da sie die wahre Kontaktfläche ausbilden werden. Anhand dieser Topografien wird deutlich, dass es bei der Bestimmung der Oberflächenrauheit zu Abweichungen kommen kann. Mit diesen Bildern können die Leistungsspektren, die Flächenrauheit sowie die fraktale Dimension bestimmt werden.

Neben PMMA-Oberflächen wurden auch Aluminiumoberflächen angeraut und analysiert. Als Beispiel wird ein Aluminium-Plättchen, das mit demselben Schleifpapier (Körnung P240) behandelt wurde, gezeigt (s. Abbildung 28).

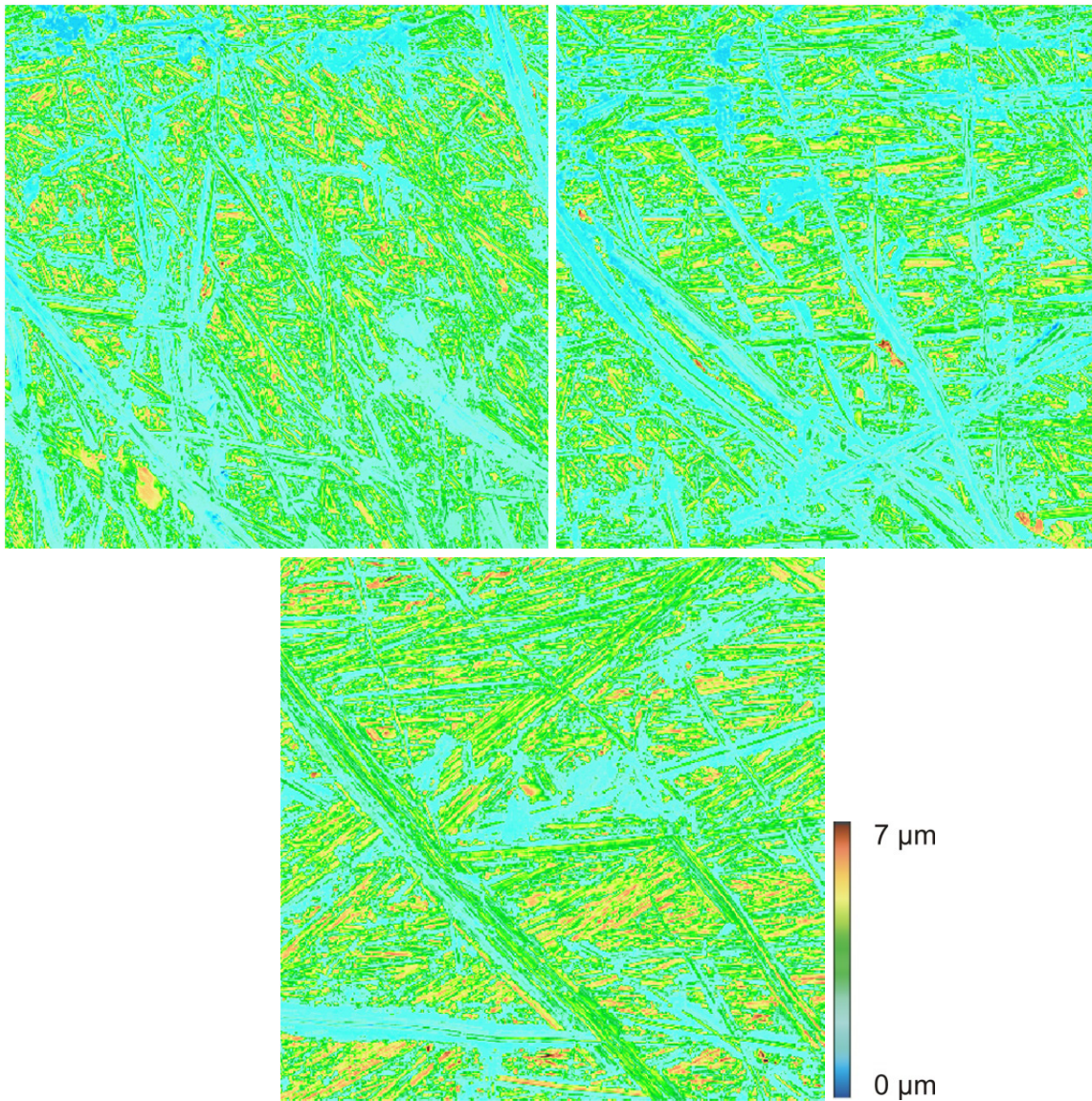


Abbildung 28 – Topografische Bilder an drei unterschiedlichen Stellen auf einem Aluminium-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurde; xy-Ausschnitt entspricht $500\text{ }\mu\text{m} \times 500\text{ }\mu\text{m}$; die Höheninformation ergibt sich über die Farbe: blau – tiefe Stellen, braun – höchster Punkt

Beim Vergleich der beiden unterschiedlichen Materialien fällt auf, dass die Furchen, die durch das Schleifen hervorgerufen wurden, beim Aluminium deutlich schärfere Kanten bilden als beim PMMA. Es kann davon ausgegangen werden, dass die Erhöhungen deutlich schärfere Spitzen bilden. Beim PMMA werden dagegen die Kontaktflächen eher abgerundet sein. Dies liegt an den Materialeigenschaften. Die Härte von PMMA liegt in einem anderen Bereich als die von Aluminium. Es ist schwer, vergleichbare Härtewerte zu finden. Die Härte von Elastomeren wird meistens über die Methode der Kugeldruckhärte bestimmt,

während bei Metallen die Härte unter anderem nach BRINELL bestimmt werden kann. Bei den verwendeten Aluminium-Plättchen liegt die Härte zwischen 100 und 140 Brinell. Plexiglas kann Werte von 100 bis 200 je nach Material annehmen. Diese beiden Werte können schwer miteinander verglichen werden. BERTHOUD und BAUMBERGER geben für eine Aluminiumlegierung einen Wert von 1.2 GPa an. PMMA hat einen Wert von 0.4 GPa.^[63] Es wird allerdings nicht beschrieben, wie diese Werte erhalten wurden. Festgehalten werden kann jedoch, dass Aluminiumlegierungen deutlich härter sind als PMMA und daher beim Anrauen kleinere Furchen bilden.

5.4 Leistungsspektrum der Oberflächenrauheit

Zur Oberflächencharakterisierung kann ein sogenanntes Leistungsspektrum verwendet werden (s. Abschnitt 2.2.1). Für die Bestimmung des Leistungsspektrums werden die Topografiebilder als Matrix ausgelesen. Als Programm wurde OriginPro 9.1G (OriginLab Corporation) verwendet. Die Bildwerte werden an eine Basislinie angepasst und in Graustufen umgewandelt. Der Grauwert stellt ein Maß für die Höhe dar – je größer der Grauwert, desto höher der entsprechende Punkt im Bild. Von dem Graustufen-Bild wird die Matrix in Zahlen ausgegeben, die über eine 2D-Fast-Fourier-Transformation umgewandelt wird.

Ein kurzer Exkurs zur Bildbearbeitung: Ein normales Bild wird in der Ortsdarstellung abgebildet. Das heißt, dass jedem Pixel ein bestimmter Wert zugeordnet werden kann, sei es eine Helligkeit oder Farbe. Der Pixel sitzt an einem bestimmten Punkt im Bild, somit kann er durch einen zweidimensionalen Vektor beschrieben werden. Der sich so zusammensetzende Ortsraum kann durch Fast-Fourier-Transformation (FFT) in einen Frequenzraum transformiert werden. Hierbei entspricht der Punkt in der Mitte des Bildes der Summe aller Frequenzen. Um an das Leistungsspektrum zu kommen, wird die Matrix der berechneten Amplituden in nicht-logarithmischer Form verwendet. Als Abbildung würde man jedoch nur ein schwarzes Bild sehen, in dessen Mitte man einen hellen Punkt entdecken könnte. Zur Veranschaulichung wird in Abbildung 29 rechts das transformierte Raum-Frequenzbild gezeigt.

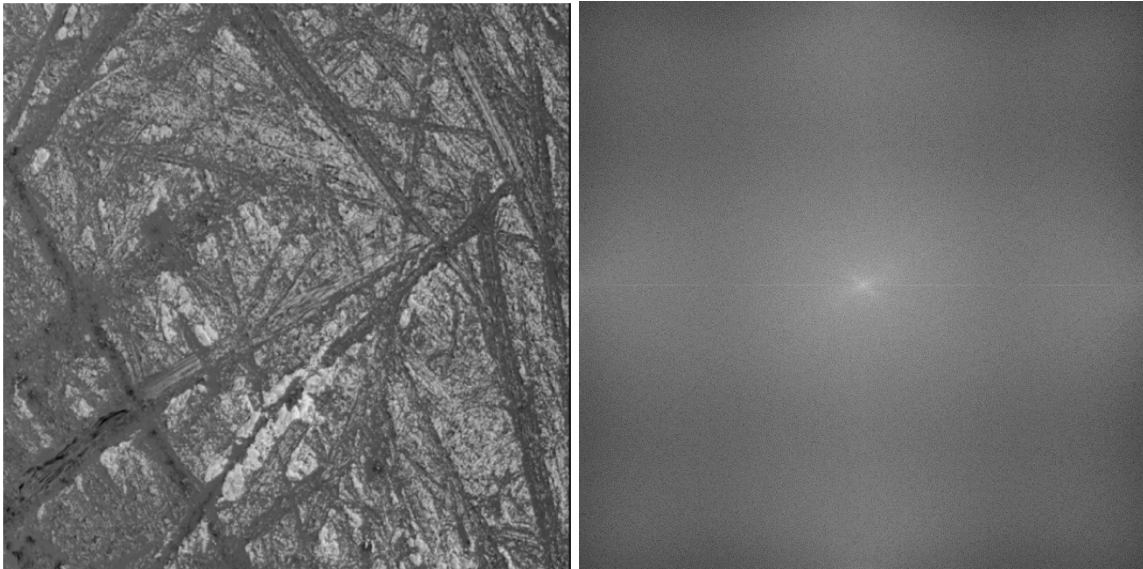


Abbildung 29 – Ortsbild vom einem PMMA-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 behandelt wurde, in Graustufen (links); transformiertes Raum-Frequenzbild (rechts) in logarithmischer Auftragung

Die Amplitudenmatrix wird in das Programm AAV (von JOHANNSMANN) importiert. Dieses bildet die radialen Mittelwerte. Diese werden in einem sogenannten Leistungsdichtespektrum doppeltlogarithmische Auftragung gegen die Wellenzahl aufgetragen (s. Abbildung 30). Die drei Messungen eines jeden Plättchens werden gemittelt. In den Diagrammen wird zwischen oberem und unterem Plättchen unterschieden. Diese Bezeichnung stellt die Lage da, wo sich das Plättchen während der tribologischen Untersuchungen befunden hat, ob auf oder unter dem Quarz.

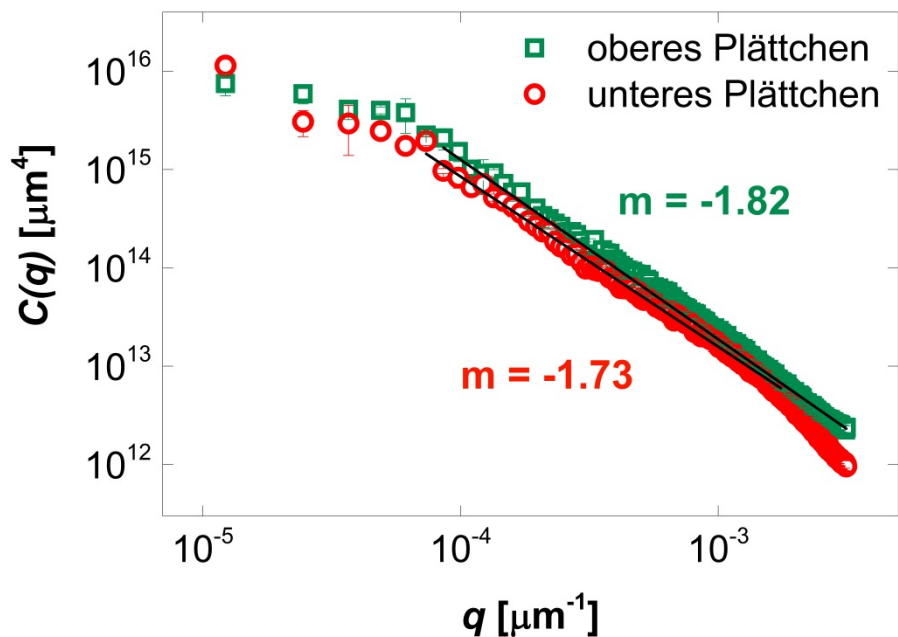


Abbildung 30 – Leistungsspektren der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurden

Beim Leistungsspektrum der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P240 behandelt wurden, fällt auf, dass es bei beiden einen linearen Bereich gibt, dessen Steigung im Bereich von -1.73 bzw. -1.82 liegt. Bei beiden Plättchen zeigt sich im oberen Bereich des Leistungsspektrums ein konstanter Bereich, der sog. „roll-off“. Aus der theoretischen Betrachtung könnte nach Gleichung (13) der HURST-Exponent aus der Steigung bestimmt werden. Bei den hier untersuchten Systemen ist dies leider nicht möglich. Der HURST-Exponent nimmt normalerweise Werte zwischen Null und Eins an. Wird aus den hier bestimmten Steigungen der HURST-Exponent bestimmt, werden Werte erhalten die nicht zwischen Null und Eins liegen. Eine mögliche Fehlerquelle liegt in der Größe der vermessenen Fläche, die durch das Mikroskop stark begrenzt ist.

Für die anderen beiden angerauten Flächen gleichen die Leistungsspektren dem gezeigten. Beim Leistungsspektrum der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P320 bearbeitet wurden, ist der konstante Bereich im oberen Teil des Spektrums im Vergleich zum zuvor gezeigten kürzer (s. Abbildung 31), jedoch gibt es bei beiden Geraden im unteren Bereich einen Knick. Im linearen Bereich liegen die Steigungen bei -1.7 und -1.8.

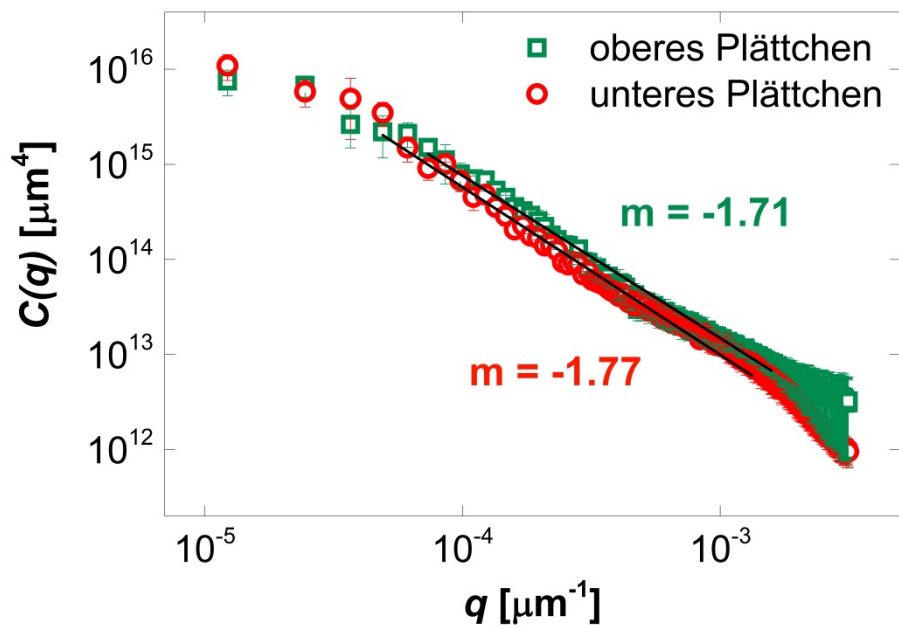


Abbildung 31 – Leistungsspektren der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P320 bearbeitet wurden

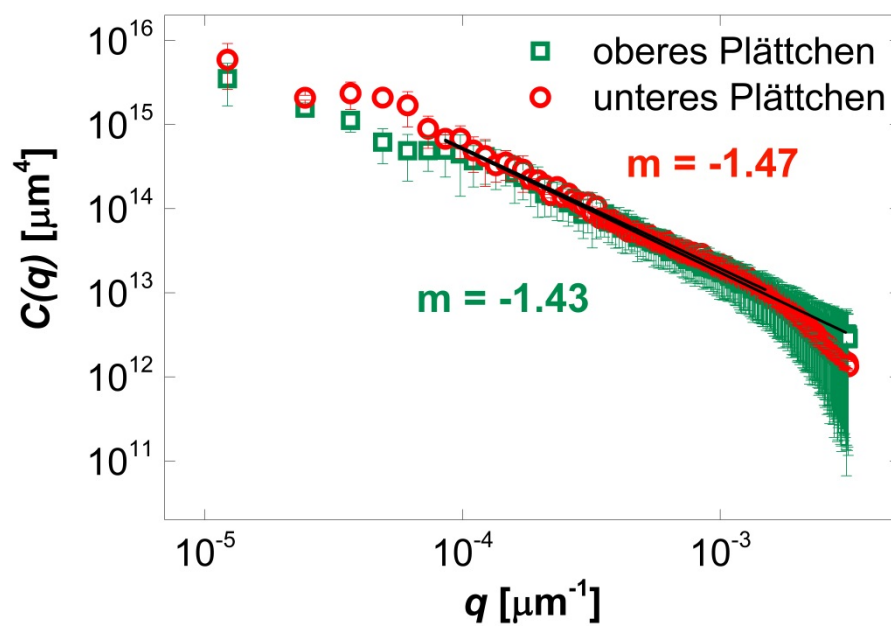


Abbildung 32 – Leistungsspektrum der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P800 bearbeitet wurden

Das Leistungsspektrum der PMMA-Plättchen, die mit Schleifpapier der Körnung P800 bearbeitet wurden, zeigt kaum einen „roll-off“. Die Steigung im linearen Bereich beträgt etwa -1.4 bis -1.5 bei beiden Plättchen (s. Abbildung 32).

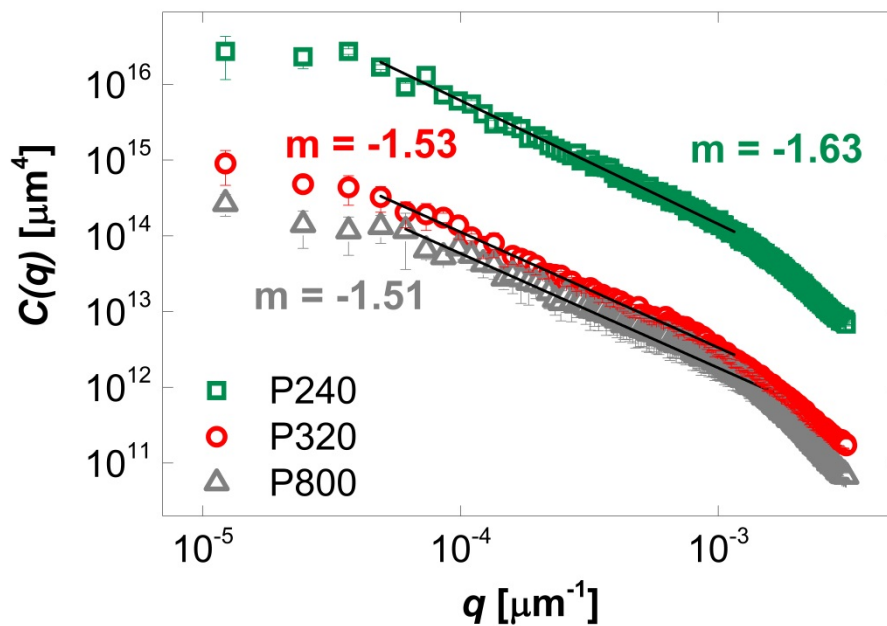


Abbildung 33 – Leistungsspektren von Aluminium-Plättchen, die mit Schleifpapieren unterschiedlicher Körnung bearbeitet wurden. Zur Übersicht sind die bearbeiteten Körnungen als Legende angegeben

Die Aluminium-Plättchen wurden ebenfalls analysiert (s. Abbildung 33). Hierbei wurde allerdings nur jeweils ein Plättchen pro Körnung untersucht. Für den verwendeten Messaufbau zur Untersuchung der Kontaktsteifigkeit und des Reibungskoeffizienten wurde nur das obere Plättchen benötigt (s. Abschnitt 9.2). Ähnlich zu den Leistungsspektren der PMMA-Plättchen sinken die Steigungen mit steigender Körnung. Das Plateau bei hohen Wellenlängenvektoren ist auch hier zu finden und ein Abknicken bei niedrigen Wellenlängenvektoren im linearen Bereich deutet auf zwei unterschiedliche Rauheiten hin.

5.5 Bestimmung der fraktalen Dimension

Die fraktale Dimension D_f ist ein Maß für die Faltung der Oberfläche. Sie kann durch die Analyse der Höhentopographieprofile durch das Programm FDim von REUTER bestimmt werden.^[64] Hierfür werden die Bilder als Grauwertbilder im bitmap-Format benötigt. Die Berechnungen wurden mit der Kapazitätsdimension durchgeführt. Für den genauen mathematischen Algorithmus wird auf die weiterführende Literatur verwiesen.^[65] Für die PMMA-Plättchen wurden die in Tabelle 4 gezeigten Werte erhalten.

Tabelle 4 - Werte der fraktalen Dimension der PMMA-Plättchen

verwendete Körnung	D_f	H
P240	2.57 ± 0.06	0.43
P320	2.49 ± 0.06	0.51
P800	2.52 ± 0.00	0.48

Die Werte der fraktalen Dimension können zwischen zwei und drei liegen, wenn Oberflächen betrachtet werden. Je größer der Wert für die fraktale Dimension ist, desto rauer ist die betrachtete Fläche. Ein hoher Wert bedeutet, dass eine Kurve, die die Oberfläche abbilden würde, stark verrauscht um einen Mittelwert schwankt. Eine fraktale Dimension von zwei zeigt eher ein Oberflächenprofil, das einen großen Unterschied im Höhenprofil und weniger starkes Rauschen der Kurve aufweist. Wird allerdings die Kontaktfläche betrachtet, dann zeigt ein hoher Wert der fraktalen Dimension eine kleine Kontaktfläche. Die oben bestimmten Werte weisen eine ähnliche Tendenz für die Beschaffenheit der Oberflächenrauheit auf. Im Rahmen der Standardabweichungen liegen alle drei PMMA-Plättchen in einem gleichen Größenordnungsbereich. Sie spiegeln den strukturellen Aufbau von Schleifpapier wieder, der sich durch eine hohe Rauheit mit geringen Höhenunterschieden auszeichnet. Mit den beiden gröberen Schleifpapieren P240 und P320 wurde eine rauere Oberfläche erzeugt. Mit der fraktalen Dimension kann auch der HURST-Exponent H nach Gleichung (10) bestimmt werden.

Tabelle 5 - Werte der fraktalen Dimension der Aluminium-Plättchen

verwendete Körnung	D_f	H
P240	2.55 ± 0.01	0.45
P320	2.54 ± 0.04	0.46
P800	2.51 ± 0.01	0.49

Für die Aluminium-Plättchen wurden die in Tabelle 5 gezeigten Werte bestimmt. Die Aluminium-Plättchen sind scheinbar in ihrer Oberflächenstruktur sehr ähnlich, so dass sich kein großer Unterschied bei der Analyse der Grauwertbilder zeigt.

5.6 Bestimmung der mittlere Oberflächensteigung

Neben der fraktalen Dimension und der RMS-Werte wurde aus den Topografiebildern auch die mittlere Oberflächensteigung „grad h “ bestimmt. Der Bestimmung liegt die Gleichung (14) zugrunde (s. Abschnitt 2.2.1, S. 12). Für die Bestimmung wurde das Programm „Grh“ (von JOHANNSMANN) verwendet. Die Topografiebilder wurden mittels OriginPro 9.1G (OriginLab Corporation) in eine Matrix konvertiert und diese dann ins Programm transferiert. Als zusätzlicher Parameter wurde die Standardabweichung der Höhentopografieprofilen benötigt, die mit der Software des Mikroskops (Leica Confocal Software) schon vorher bestimmt wurden.

Für die PMMA-Plättchen ergeben sich damit die in Tabelle 6 gezeigten Werte. Bei diesen ist keine klare Tendenz zu erkennen. Für das PMMA-Plättchen, das mit Körnung P320 bearbeitet wurde, liegt der Wert nicht im vermuteten Wertebereich, sondern zeigt einen kleineren Wert als das PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P800 bearbeitet wurde. Innerhalb der sehr großen Standardabweichung liegen die Werte im selben Bereich. Hier sollte die visuelle Betrachtung der Höhentopografiebilder miteinbezogen werden.

Tabelle 6 - Grad h -Werte der PMMA-Plättchen

verwendete Körnung	grad h
P240	1.06 ± 0.29
P320	0.63 ± 0.14
P800	0.93 ± 0.58

Bei den Aluminium-Plättchen liegen die Werte (s. Tabelle 7) für Plättchen, die mit den Körnungen P240 und P320 bearbeitet wurden, sehr dicht zusammen (ca. 0.9). Das Plättchen, das mit der Körnung P800 bearbeitet wurden, weist einen deutlich kleineren Wert von 0.6 auf.

Tabelle 7 - Grad h -Werte der Aluminium-Plättchen

verwendete Körnung	grad h
P240	0.98 ± 0.11
P320	0.93 ± 0.13
P800	0.65 ± 0.13

Sowohl bei den PMMA-Plättchen als auch bei den Aluminium-Plättchen ist eine Interpretation der Werte für grad h schwierig. Die Größenordnung der Werte liegt im erwarteten Bereich. Es ist jedoch kein klarer Trend zu erkennen.

5.7 Zusammenfassung zu rauen Oberflächen

Die Rauheit einer Oberfläche kann auf die unterschiedlichsten Arten charakterisiert werden. Sowohl für die PMMA-Plättchen als auch für die Aluminium-Plättchen wurden Höhenprofile aufgenommen um Oberflächencharakterisierungen durchzuführen. Beide Materialsorten wurden mit den gleichen Schleifpapiersorten bearbeitet. Vergleicht man die unterschiedlich geschliffenen PMMA-Plättchen untereinander, stellen sich Unterschiede in der entstandenen Oberfläche in Abhängigkeit von der Körnung des Schleifpapiers heraus (s. Abbildung 26). Ein großer Wert für die Körnung bedeutet, dass der mittlere Partikeldurchmesser klein ist und somit ein feines Schleifpapier vorliegt. Dieses spiegelt sich auch in den unterschiedlichen Bildern wieder. Die Oberfläche, die mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurde, sieht optisch nicht ganz so fein strukturiert aus wie das Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P800 behandelt wurde. Zwischen den beiden Materialsorten kann festgestellt werden, dass die behandelten Aluminiumflächen deutlich schärfere Kanten und Spitzen zeigen als die PMMA-Plättchen.

Als ein Maß für die Oberflächenrauheit kann die Wurzel des quadratischen Mittelwertes des Rauheitsprofils (RMS-Wert) genommen werden. Für die verwendeten Oberflächen wurde der Wert sowohl durch ein Linienprofilometer als auch über die mit konfokaler Mikroskopie bestimmten Höhenprofile als Flächenrauheit bestimmt. Es konnte ein deutlicher Unterschied festgestellt werden, ob nur Linien abgefahren werden oder eine komplette Fläche betrachtet wird. Die RMS-Werte des Linienprofilometers liegen zwischen

0.8 und 1.5 μm . Das PMMA-Plättchen – bearbeitet mit Körnung P800 – weist den niedrigsten Wert für die Rauheit auf. Dieses ist durchaus plausibel, da das Schleifpapier der Körnung P800 das feinste, das verwendet wurde, ist und somit die feinste Strukturierung auf angerauten Flächen verursacht. Generell wurden durch das Anrauen der Plättchen tiefe Furchen und höher liegende kleine Inseln, die nachher die Kontaktfläche ausbilden, in das Material gebracht. Bei der Bestimmung des RMS-Werts für die Flächenrauheit ergibt sich, dass mit dem rauesten Schleifpapier auch die größten Strukturen erzeugt wurden.

Aus den Topografiebildern können die Leistungsspektren der Plättchen bestimmt werden. Diese geben eine Aussage, ob die Rauheit über unterschiedliche Längenskalen ähnlich ist, sprich die Oberfläche eine fraktale Struktur aufweist. Bei den untersuchten Oberflächen weisen die Leistungsspektren jeweils einen linearen Bereich auf. Es wird oft ein konstanter Bereich bei hohem Wellenlängenvektor beobachtet. Das heißt, ab einer bestimmten Größenskala ist die Rauheit nicht mehr fraktal. Teilweise weisen die Spektren auch noch einen zusätzlichen Knick im unteren Bereich auf. Dieser deutet darauf hin, dass es zwei unterschiedliche Rauheiten gibt. Eine weitere Erklärung könnte sein, dass die aufgenommen Bilder und damit die untersuchte Fläche zu klein ist und daher die Auflösungsgrenze erreicht wird. In der Theorie kann über die Steigung des linearen Bereichs des Leistungsspektrums der HURST-Exponent bestimmt werden. Dieser kann Werte zwischen Null und Eins annehmen. Hierbei bedeutet Null, dass die Struktur eine ebene Fläche darstellt. Bei den bestimmten Leistungsspektren kann dieser jedoch nicht über die Steigung bestimmt werden. Die erhaltenen Werte liegen außerhalb des Bereiches zwischen Null und Eins. Eine Begründung wäre, dass es sich nicht um rein fraktale Oberflächen handelt. Es wurden daher andere Möglichkeiten gesucht um den HURST-Exponenten zu bestimmen.

Durch die Bildanalyse der Höhenprofile konnte zusätzlich die fraktale Dimension und darüber der HURST-Exponent sowie grad h bestimmt werden. Nach der fraktalen Dimension liegen alle untersuchten Oberflächen in einem ähnlichen Bereich der Rauheit. Der Wert liegt etwa bei 2.5. Die Bestimmung von grad h ergab ein ähnliches Bild. Für den HURST-Exponenten ergeben sich darüber Werte um 0.5. Dies weist auf eine Oberflächenstruktur hin, die allgemein sehr fein strukturiert ist und somit die Kontaktfläche eher klein ist.

Allgemein kann noch angemerkt werden, dass sich bei der Untersuchung der Rauheit gezeigt hat, wie unterschiedlich die Ergebnisse je nach Berechnungsart ausfallen können. Dies weist auf das Hauptproblem hin, dass es schwer ist, eine raue Oberfläche experimentell zu charakterisieren. Die vorgeschlagenen Berechnungen sind oft nur über Simulationen

bestätigt. Für die weitere Betrachtung kann festgehalten werden, dass die Oberflächen sehr fein strukturiert sind und sich optisch in ihrer Strukturierung unterscheiden.

6 Oberflächenbeschichtung

Die tribologischen Messungen wurden auf unterschiedlichen Quarzoberflächen durchgeführt. Neben der klassischen Goldoberfläche wurden auch Quarze mit SiO₂-Beschichtung verwendet. Zusätzlich wurden Polymerbeschichtungen aus Polymethylmethacrylat eingesetzt. Diese wurden mittels radikalischer Polymerisation hergestellt und als Schleuderfilm auf die Quarzoberfläche aufgebracht.

6.1 Synthese des Polymethylmethacrylates

Für die Polymerisation von Methylmethacrylat wurde Butanon als Lösungsmittel gewählt. Dies hat den Vorteil, dass die Polymerlösung mit einem Spin-Coater als Schleuderfilm auf die Quarzoberfläche aufgetragen werden kann. Der Ansatz wurde auf einen Feststoffgehalt von 12.5 Gew.% berechnet. Es wurde Methylmethacrylat in Butanon gelöst. Als Initiator für die Polymerisation wurde Azo-bis-(isobutyronitril) (AIBN), das vorher aus Ethanol umkristallisiert wurde, verwendet. Die Polymerisation fand in einem Heizblock bei einer Temperatur von 60 °C für 24 h statt. Zur Charakterisierung des erhaltenen Polymers wurde die Glasübergangstemperatur T_g mit einem Differenzialkalorimeter (DSC 7, Perkin Elmer) bestimmt. Diese liegt bei 100 °C.^b Der experimentell bestimmte Wert liegt sehr nahe am Literaturwert von 105 °C.^[66]

6.2 Beschichtungsverfahren

Die Filme wurden mit einem Spin-Coater (Model WS-650MZ-23NPP, Laurell Technologies Corporation) aufgetragen. Hierfür wurde der Quarz auf die vorgesehene Halterung gelegt und mittels Vakuum angesaugt. Die Schichtdicke wurde über den Feststoffgehalt der Lösung und die Schleuderdrehzahl variiert. Es wurden nur Quarze mit Goldelektroden beschichtet. Die Filmdicke wurde über die SAUERBREY-Gleichung (27) bestimmt (s. Abschnitt 16.5 S. 133). Für dünne Schichten im Bereich von 300 nm wurde die Polymerlösung auf die Hälfte der ursprünglichen Konzentration verdünnt. Anschließend wurde der Quarz mit der Polymerlösung bei einer Geschwindigkeit von 6000 rpm für 2 min gedreht. Der beschichtete Quarz wurde anschließend über Nacht bei 110 °C getrocknet.

^b Die Messung wurde von A. PESCHEL am Institut für Physikalische Chemie durchgeführt

6.3 Bestimmung der Oberflächenstruktur

Um die Rauheit der unterschiedlichen Quarzoberflächen zu bestimmen, wurden diese mit einem Rasterkraftmikroskop (Digital Instruments; Dimension 3100 SPM) im Tapping-Mode untersucht. Die Untersuchungen wurden am Institut für Energieforschung und Physikalische Technologien der TU Clausthal durchgeführt.^c

Beim einem goldbeschichteten Quarz liegt der RMS-Wert für die Rauheit etwa bei 4.79 nm (s. Abbildung 34). Es wurde eine Fläche von $30\text{ }\mu\text{m} \times 30\text{ }\mu\text{m}$ abgetastet. Die Kratzer auf der Oberfläche können durch ein Tuch bei der Reinigung des Quarzes verursacht worden sein.

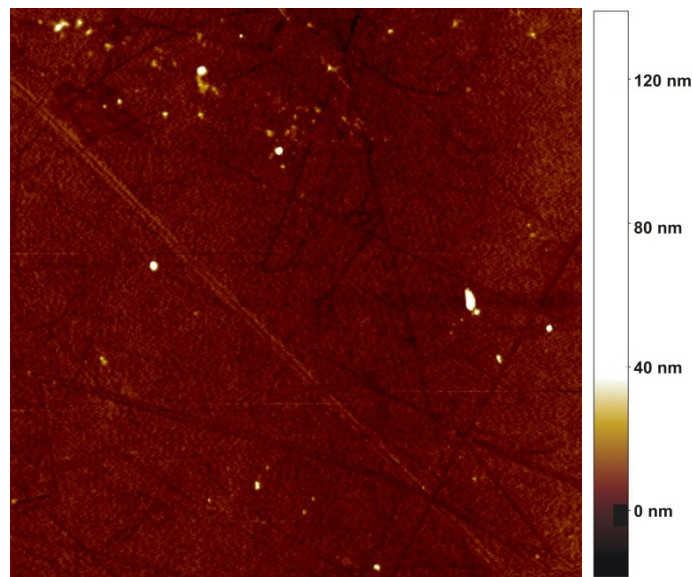


Abbildung 34 – Beispiel eines AFM-Bilds von einer goldbeschichteten Quarzoberfläche; der xy-Ausschnitt entspricht $30\text{ }\mu\text{m} \times 30\text{ }\mu\text{m}$

Bei einem Siliziumdioxid-beschichteten Quarz liegt der RMS-Wert etwa bei $3.24\text{ }\mu\text{m}$. Die Oberfläche ist folglich glatter als die Goldoberfläche. Hinzu kommt, dass sich auf der Siliziumdioxid-Schicht mehrere kleine Partikel auf der Schicht abgelagert haben (s. Abbildung 35).

^c Die Messungen wurden von A. ARENDT und S. DAHLE durchgeführt und ausgewertet.

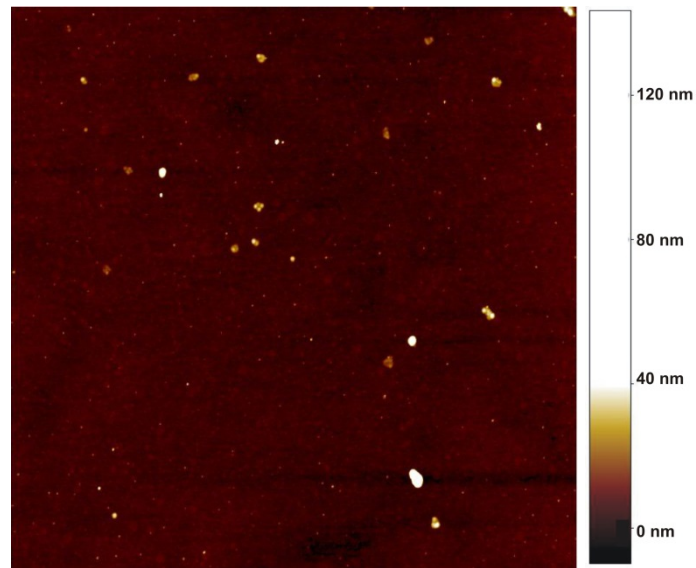


Abbildung 35 – Beispiel eines AFM-Bilds eines Quarzes mit Siliziumdioxidbeschichtung: der xy-Ausschnitt entspricht $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$

Im Gegensatz zur Gold- oder Siliziumdioxid-Schicht sieht eine Polymerbeschichtung anders aus. Hier variiert der Rauheitswert mit der Schichtdicke (s. Tabelle 8). Die durchschnittliche Rauheit lag bei den untersuchten Filmen bei 5.23 nm.

Tabelle 8 – RMS-Werte der PMMA-Beschichtungen auf den beschichteten Quarzen

Schichtdicke [nm]	R_{RMS} [nm]
264	5.18
288	11.48
295	5.95
312	3.14
368	1.69
379	4.51
384	6.54
393	3.38

Vergleicht man die aufgenommenen AFM-Bilder von den PMMA-Schichten mit denen der Gold- und Siliziumbeschichtungen, weisen die PMMA-Beschichtungen deutlich stärkere Strukturierungen auf. Die Variation in der Oberflächenrauheit kann in der Beschichtungsmethode begründet liegen.

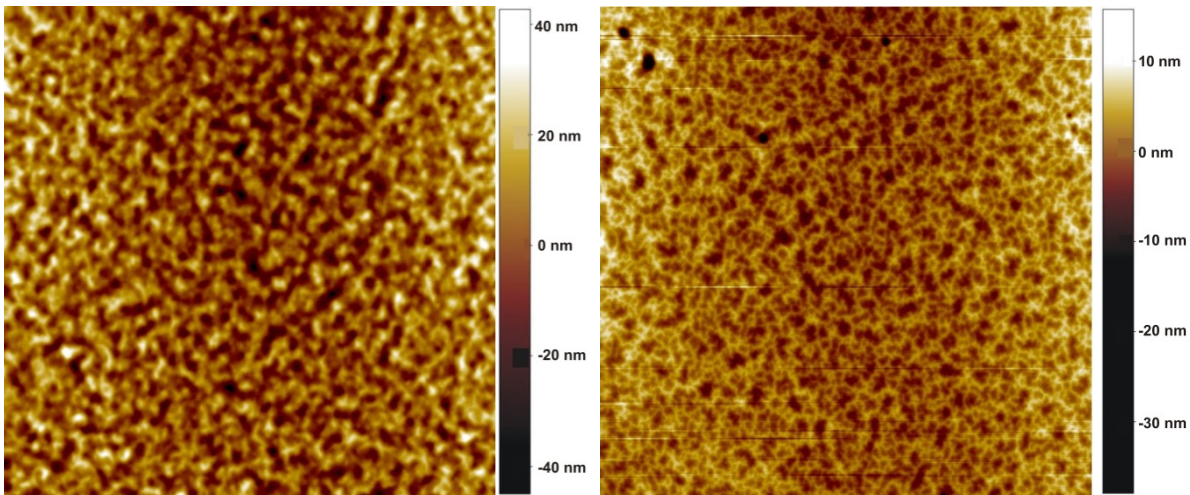


Abbildung 36 – Beispiele für die Oberflächenrauheit einer PMMA-Beschichtung; links: Schichtdicke 288 nm ($R_{\text{RMS}} = 11.48$ nm); rechts: Schichtdicke 312 nm ($R_{\text{RMS}} = 3.14$ nm); der xy-Ausschnitt entspricht $30\text{ }\mu\text{m} \times 30\text{ }\mu\text{m}$

Generell kann festgehalten werden, dass die Oberflächen – ob Gold, SiO_2 oder PMMA – sehr glatte Strukturen aufweisen. Die Rauheit befindet sich hierbei im Nanometer-Bereich. Die untersuchten Plättchen (in Abschnitt 5 charakterisiert) befinden sich von der Rauheit im Mikrometer-Bereich. Es kann daher die Annahme getroffen werden, dass die Oberflächen der Quarze als nahezu glatt angesehen werden können und der relevante Rauheitsparameter durch die Plättchen festgelegt wird.

7 Tribologische Versuchsaufbauten

Für die tribologischen Untersuchungen wurden unterschiedliche Messaufbauten verwendet – je nachdem ob Untersuchungen mit kleinen oder großen Lasten durchgeführt wurden. Auch die Scheramplitude wurde variiert. Hierfür wurden nicht nur die Probenhalter verändert, sondern auch der jeweilige Schaltkreis und der Netzwerkanalysator.

Der grundsätzliche Versuchsaufbau erfolgte nach dem Schema in Abbildung 13 (s. Abschnitt 3.1, S. 18). Alle durchgeführten Messungen erfolgten mittels Impedanzanalyse. Mittels eines Netzwerkanalysators wurde das Ausgangssignal generiert und über einen Schaltkreis an den Quarz übertragen. Der Schaltkreis kann dabei entweder in Transmission oder in Reflexion aufgebaut worden sein. Anschließend wurde das Antwortsignal wieder in den Netzwerkanalysator zurückgeleitet und über das Messprogramm QTZ (von JOHANNSMANN) ausgewertet.

7.1 Schaltkreise und Netzwerkanalysatoren

In dieser Arbeit wurden insgesamt vier unterschiedliche Netzwerkanalysatoren verwendet, drei davon für die tribologischen Messungen. Bei der Netzwerkanalyse wird die Amplitude und Phase des Signals gemessen. Hierbei werden die Leistungsbeträge aus reflektiertem und durchgehendem Signal nebst der Phasenverschiebung gegenüber dem Ausgangssignal bestimmt. Das Analogon zur Veranschaulichung kann Licht sein das auf eine Linse trifft. Ein Teil wird dabei durchgeleitet während ein anderer reflektiert wird. Ähnlich kann ein periodisches elektrisches Signal in mehrere Sinusschwingungen aufgeteilt werden, die in ihrer Frequenz und Amplitude konstant sind. Diese Art von Spannungsverlauf ist mit einem Oszilloskop messbar. Es kann zwischen linearem und nicht-linearem Verhalten unterschieden werden. Bei linearem Verhalten findet nur eine Veränderung der Amplitude und Phase statt. Die Schwingungsfrequenz bleibt dabei konstant (s. Abbildung 37).^[67,68]

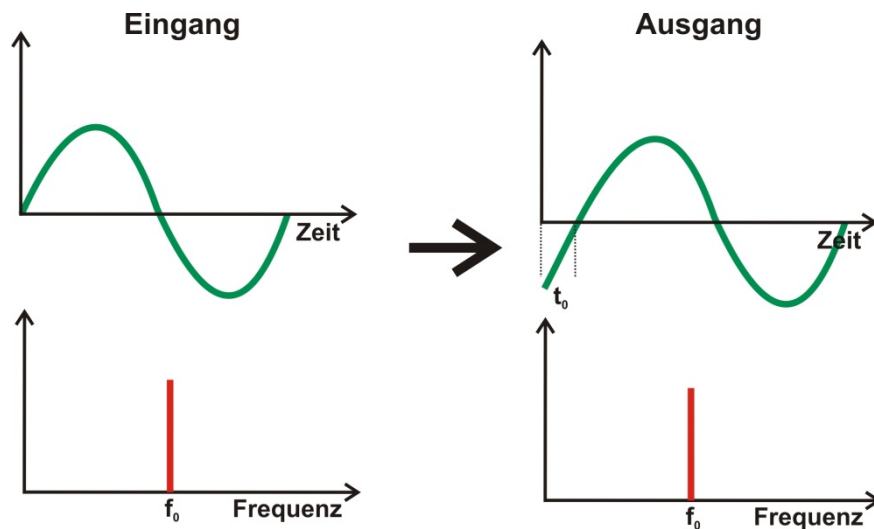


Abbildung 37 – Schematische Funktionsverläufe von Eingangs- und Ausgangssignal bei linearem Verhalten (nach [67])

Bei nicht-linearem Verhalten ändert sich neben der Phase und Amplitude auch die Frequenz (s. Abbildung 38). Mathematisch kann dann die Kurve in unterschiedliche Sinusfunktionen zerlegt werden.

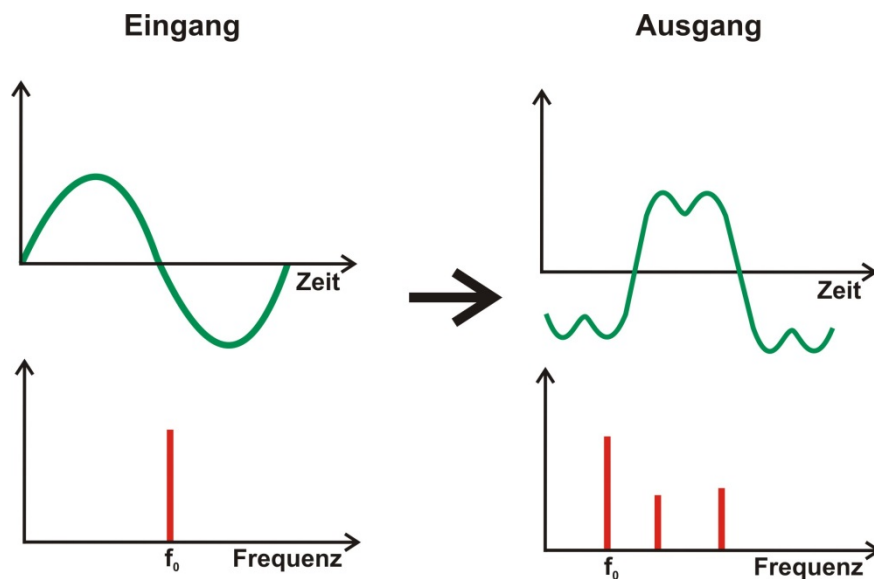


Abbildung 38 – Schematische Funktionsverläufe von Eingangs- und Ausgangssignal bei nicht-linearem Verhalten (nach [67])

Als Netzwerkanalysatoren für die tribologischen Messungen wurden die Geräte N2PK VNA (Ivan Makarov, Kanada), SA250B (Saunders, Phoenix) und E5100A (Agilent Technologies) verwendet. Für die Messungen sind zwei Parameter der Analysatoren von großem Interesse. Zum Einen wird eine hohe Leistung benötigt, um hohe Scheramplituden zu erreichen. Zum Anderen sollte es möglich sein, diese Leistung zu verändern, da darüber nicht-lineares Verhalten untersucht werden kann. Die verwendeten Netzwerkanalysatoren

unterscheiden sich in diesen Eigenschaften wie folgt voneinander: Bei der N2PK VNA-Box bleibt die ausgegebene Leistung konstant bei 6 dBm (entspricht 3.98 mW). Beim Netzwerkanalysator E5100A von Agilent kann der Leistungspegel verändert werden. Die maximale Leistung geht bis 15 dBm (entspricht 31.62 mW). Um eine höhere Scheramplitude zu erhalten, wird in den Schaltkreis ein Verstärker (ZHL-1-2W; Mini-Circuits) mit einer Verstärkung von +30 dB eingebaut. Damit keine zu hohe Leistung wieder in den Netzwerkanalysator zurückgeleitet wird, wurde ein Dämpfer (VAT-30W2+; Mini-Circuits) mit -30 dB hinter den Quarz geschaltet. Die beiden möglichen Schaltkreise für Reflexion oder Transmission werden dann jeweils durch den Verstärker und Dämpfer ergänzt (s. Abbildung 39). In dieser Arbeit wurde mit allen vier Varianten gemessen. Bei der N2PK VNA-Box wurde teilweise ein programmierbarer Dämpfer vor den Verstärker geschaltet um die Ausgangsleistung zu variieren.

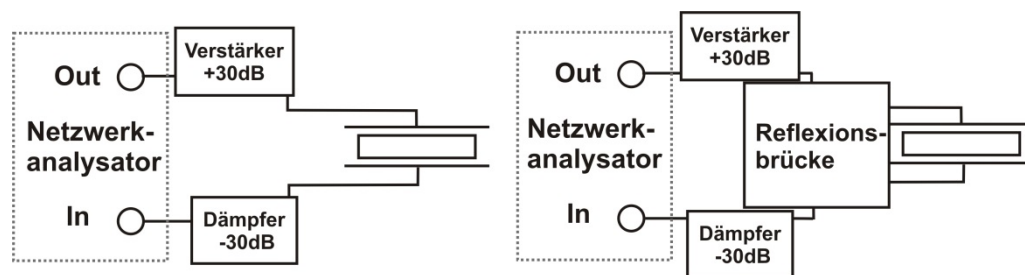


Abbildung 39 – Transmission- und Reflexionsschaltkreis mit Verstärker bei der Impedanzanalyse; links Schaltkreis C; rechts Schaltkreis D

Normalerweise wird davon ausgegangen, dass die Kabel jeweils einen Wellenwiderstand von $50\ \Omega$ haben. Um zu überprüfen ob der Verstärker tatsächlich das Signal um +30 dB verstärkt wurde ein Oszilloskop in den Schaltkreis eingebaut. Hierbei stellte sich heraus, dass der Verstärker eine Verstärkung um 27 dB erreicht. Zusätzlich ist darauf zu achten, dass die Leistung nur so lange erhöht werden kann, wie am Quarz noch eine harmonische Sinusschwingung gemessen wird. Die Signalverzerrungen durch den Verstärker hängen vom jeweilig benutzten System ab.

7.2 Quarzhalter und Versuchsaufbau

In vorigen Arbeiten wurde als Quarzhalter der klassische „Pfeifenkopf“ verwendet.^[5,27] Diese Art von Halter hat zwei große Nachteile für die tribologischen Untersuchungen: Der Quarz wird durch den Verschluss immer unterschiedlich starken Spannungen ausgesetzt. Um diese so weit wie möglich zu kompensieren wurde der Quarz

schon zwei Tage vor der eigentlichen Messung in den Halter eingebaut. Der zweite Nachteil liegt darin begründet, dass aufgrund des Energy Trappings die Scheramplitude über die Fläche des Quarzes nicht konstant ist. Um sicher zu stellen, dass jeder Kontakt der gleichen Scheramplitude unterliegt, werden die Kontakte nur in die Mitte des Quarzes platziert. Dies konnte beim „Pfeifenkopf“ nur begrenzt gewährleistet werden. Die Kugeln wurden auf eine Platte geklebt. Das Auflegen der zu untersuchenden Kugeln auf der Platte erfolgte mit dem Augenmaß und konnte daher variieren. Sie wurden nicht durch eine Halterung in der Mitte festgehalten, sondern konnten beim Auflegen eines Gewichts verrutschen.

Diese Probleme wurden zum großen Teil gelöst. Der Quarzhalter wurde so konzipiert, dass ein unterschiedlich starkes Anziehen des Deckels nicht mehr möglich ist und daher der Quarz immer den gleichen Spannungen ausgesetzt ist. Zudem wurde in den Deckel eine Führungsschiene eingebaut, um die Plättchen und auch zusätzlichen Gewichte immer auf die gleiche Stelle auflegen zu können – und um eine örtliche Fixierung zu erreichen.^d Des Weiteren wurden für den Versuchsaufbau bei kleinen Lasten für die Gewichte Scheiben verwendet, die eine gleichmäßige Lastverteilung gewährleisten (s. Abbildung 40).

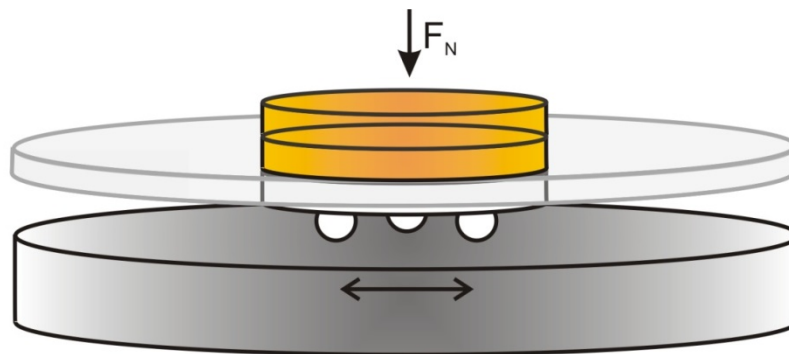


Abbildung 40 – Versuchshalter für niedrige Lasten (Aufbau 1)

Wenn von kleinen Lasten gesprochen wird, dann wurden Gewichte von 0.5 g bis 4.0 g eingesetzt. Durch die Multiplikation mit der Erdbeschleunigung wurden die ausgeübten Kräfte erhalten. Die ausgeübte Kraft lag in diesem Fall im Millinewton-Bereich. Die Gewichte wurden in 0.5 g-Schritten erhöht. Die genauen Gewichte können in Abschnitt 16.7 (s. S. 135) nachgelesen werden.

^d Der Quarzhalter wurde im Rahmen der Masterarbeit von J. VLACHOVÁ erarbeitet.^[69]

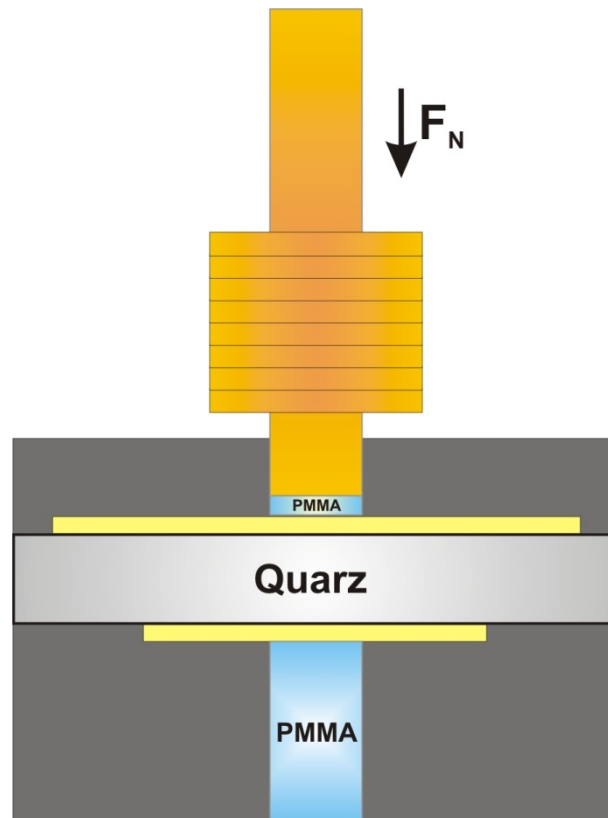


Abbildung 41 – Versuchshalter für großen Lasten (Aufbau 2)

Bei großen Lasten wurde ein Stab verwendet, auf den die Gewichte aufgestapelt wurden. Die Fläche des Stabes sorgt auch hier für die gleichmäßige Verteilung des Gewichts. Hinzu kommt, dass bei diesem Aufbau der Quarz zwischen den zu untersuchenden Flächen oder auch Kugeln eingeklemmt wird. Dadurch ist es möglich, eine Last von bis zu 1050 g aufzugeben und durch die symmetrische Konfiguration findet keine Verbiegung des Quarzes statt. Die Variation der Gewichte geht von 50 g bis 1 kg, im Bereich zwischen 50 und 350 g in 50 g-Schritten. Anschließend wurde die Schrittweite auf 100 g erhöht. Die genauen Gewichte sind in Abschnitt 16.7 (s. S. 135) angegeben.

8 Kontaktsteifigkeit und Reibungskoeffizient beim Einzelkontakt bei hohen Scheramplituden

Die Bestimmung der Kontaktsteifigkeit und des Reibungskoeffizienten wurde sowohl unter kleinen als auch unter großen Lasten vorgenommen. Für den Einzelkontakt wurden Kugeln mit unterschiedlichen Durchmessern verwendet. Um zu gewährleisten, dass die Kugeln nicht verrutschen, wurden diese auf ein Metall- bzw. PMMA-Plättchen mit Sekundenkleber aufgebracht. Drei Kugeln wurden dabei in einem Dreieck angeordnet. Es sollte gewährleistet werden, dass diese möglichst den gleichen Abstand von der Mitte haben, um sicherzustellen, dass alle drei Kontakte der gleichen Schwingungsamplitude ausgesetzt werden. Unter der Annahme, dass die Kontakte nicht miteinander in Wechselwirkung stehen, können sie als drei einzelne Kontakte betrachtet werden. Als Material wurden Glaskugeln aus Borosilikatglas (Schäfer Glas GmbH) mit unterschiedlichen Durchmessern von 1.0, 2.1 und 2.2 mm verwendet.

8.1 Bestimmung unter kleinen Lasten

Für die Bestimmung der Kontaktsteifigkeit und des Reibungskoeffizienten wurde der Aufbau 1 (Abschnitt 7.2, S. 55) verwendet, der in einen Reflexionsschaltkreis eingebaut wurde. Die experimentelle Durchführung erfolgte im Rahmen der Masterarbeit von VLACHOVÁ.^[69] Die genauen Messparameter wurden der Vollständigkeit halber in Abschnitt 15 (s. S. 131) aufgenommen. Von dieser Arbeit wurden nur die Einzelkontaktmessungen an Luft für die Kugelgröße mit einem Durchmesser von 2.1 mm herangezogen. Die Messungen wurden sowohl mit einem SiO₂-beschichteten als auch mit einem PMMA-beschichteten Quarz durchgeführt.

Für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung konnte bei kleinen Lasten der Übergang zwischen Gross Slip und Partial Slip beobachtet werden (s. Abbildung 42). Dieses Verhalten kann anhand der grünen Kurve beobachtet werden. Beim Abknicken der grünen Kurve geht Partial Slip in Gross Slip über.

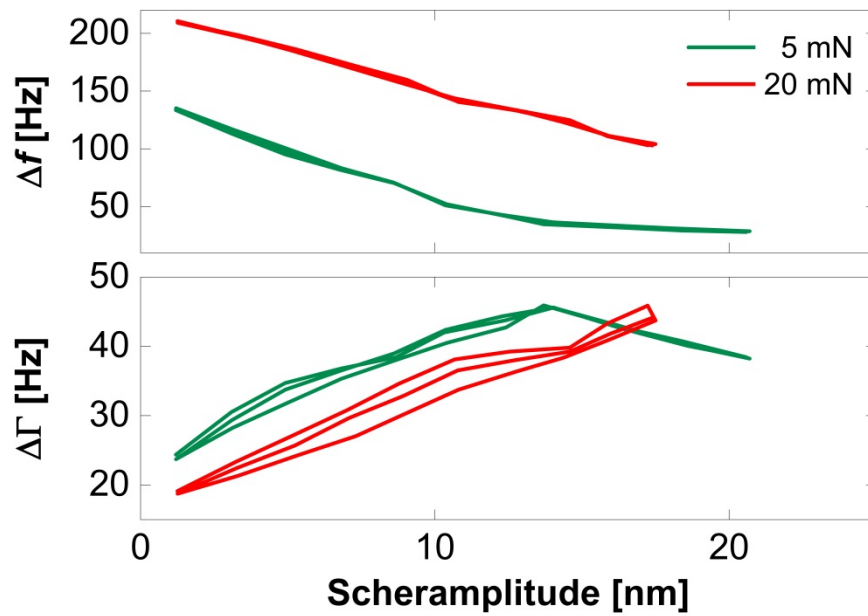


Abbildung 42 – Übergang von Gross Slip zu Partial Slip bei Einzelkontaktmessung unter kleinen Lasten; 2.1 mm Kugeln auf SiO₂-beschichtetem Quarz

Die Scheramplitude geht bei diesen Untersuchungen nur bis 20 nm, da kein Verstärker in den Schaltkreis eingebaut wurde. In Abbildung 42 kann die Tendenz beobachtet werden, dass die Frequenzverschiebung mit zunehmenden Lasten ansteigt.

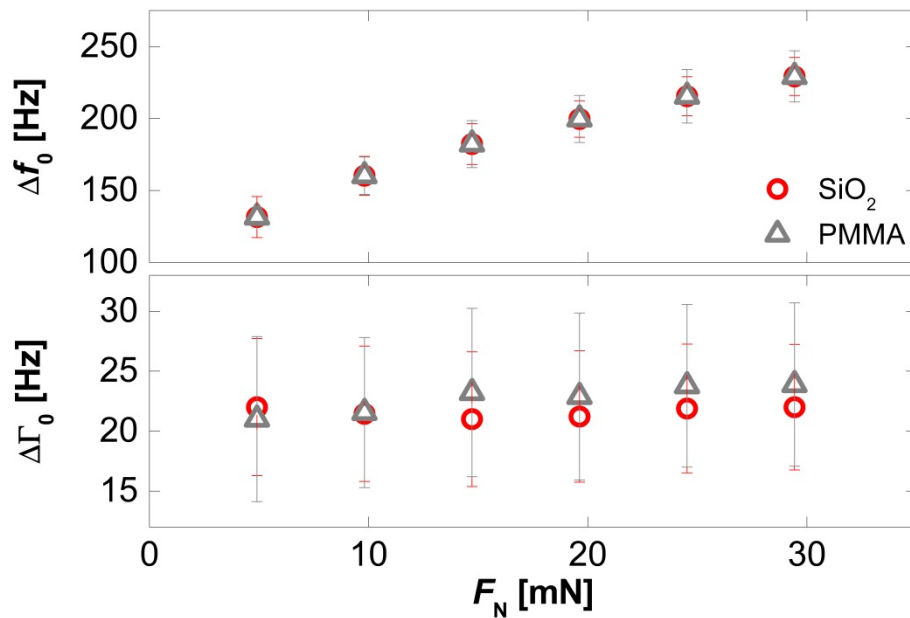


Abbildung 43 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen für kleine Lasten bei unterschiedlichen Beschichtungen mit 2.1 mm Kugeldurchmesser auf der Fundamentalen eines 5 MHz Quarzes

Dieses Verhalten wird nicht nur bei dem SiO_2 -beschichteten Quarz, sondern auch bei der PMMA-Beschichtung, beobachtet. Die kleinen Lasten liegen in einer Größenordnung von Millinewton. Die Messdaten zeigen, dass die Beschichtung keinerlei Einfluss auf die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung zu haben scheint. Die Datenpunkte für die unterschiedlichen Beschichtungen bei gleicher Lasten stimmen weitgehend überein (s. Abbildung 43). Die Verschiebung der Frequenz liegt um 200 Hz, während sich die Halbwertsbreitenverschiebungen über alle Lasten konstant im Bereich von 20 Hz befinden. Die Frequenzverschiebung zeigt einen Verlauf, der sehr gut mit Hilfe eines JKR-Modells über einen Fit, angenähert werden kann. Über den JKR-Fit ist es möglich, die Parameter für den Elastizitätsmodul und die Oberflächenenergie zu berechnen.^e

Die für Δf und $\Delta \Gamma$ erhaltenen Werte für die Kontaktsteifigkeit zeigen: Die Kontaktsteifigkeit steigt mit zunehmender Last an (s. Abbildung 44). Sie liegt im Bereich von 10^5 N/m .

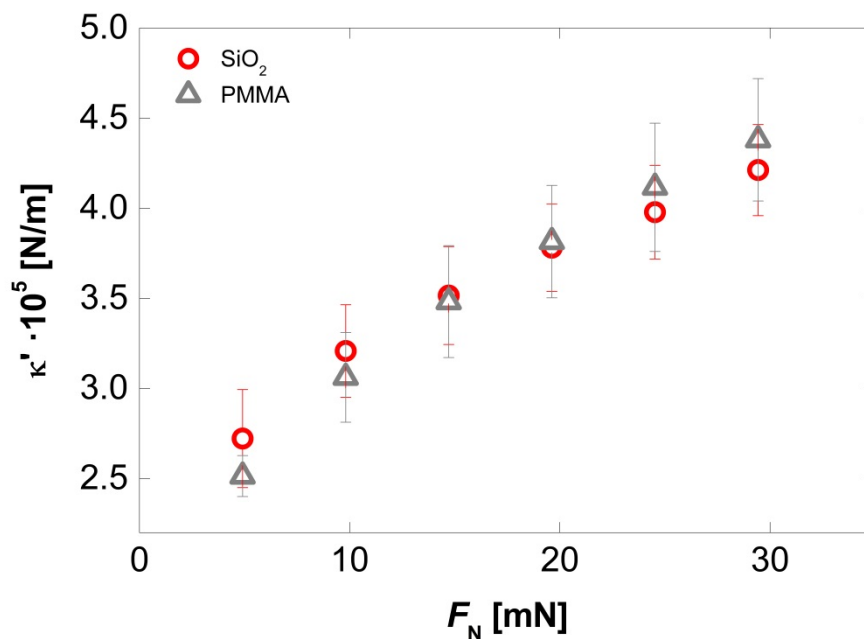


Abbildung 44 – Kontaktsteifigkeiten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei kleinen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen eines 5 MHz Quarzes

^e Die Ergebnisse finden sich in der Masterarbeit von J. VLACHOVÁ.^[69]

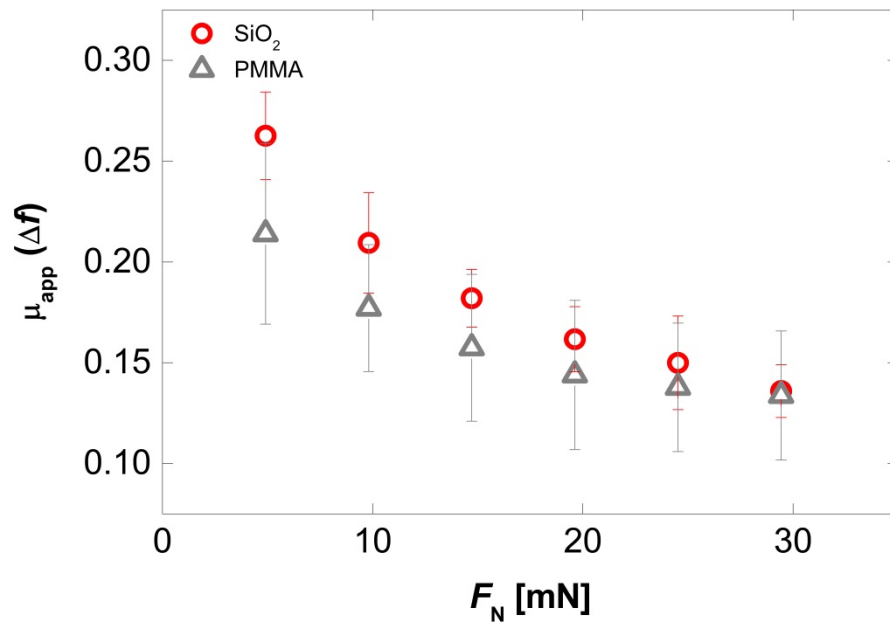


Abbildung 45 – Reibungskoeffizienten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei kleinen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen eines 5 MHz Quarzes

Die Berechnung des Reibungskoeffizienten erfolgte mit der Gleichung (42). Der Reibungskoeffizient sinkt mit steigenden Lasten (s. Abbildung 45). Die SiO₂-Beschichtung zeigt leicht höhere Werte als das PMMA-Pendant. Dieses Verhalten ist ungewöhnlich. Nach dem COULOMBSchen Gesetz würde erwartet werden, dass der Reibungskoeffizient unabhängig von der Last ist.

Aus der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung kann auch der Verlustwinkel bestimmt werden. In Analogie kann hier die Rheologie herangezogen werden. Bei rheologischen Messungen wird der Verlustfaktor δ aus dem Verhältnis zwischen Verlustmodul und Speichermodul berechnet. Bei den kontaktmechanischen Messungen wird das Verhältnis aus dem Realteil κ' und dem Imaginärteil κ'' der Kontaktsteifigkeit gebildet. Nach Gleichung (31) ergibt sich für den Verlustwinkel:

$$\tan \delta = \frac{\kappa''}{\kappa'} = \frac{\Delta \Gamma}{\Delta f} \quad (43)$$

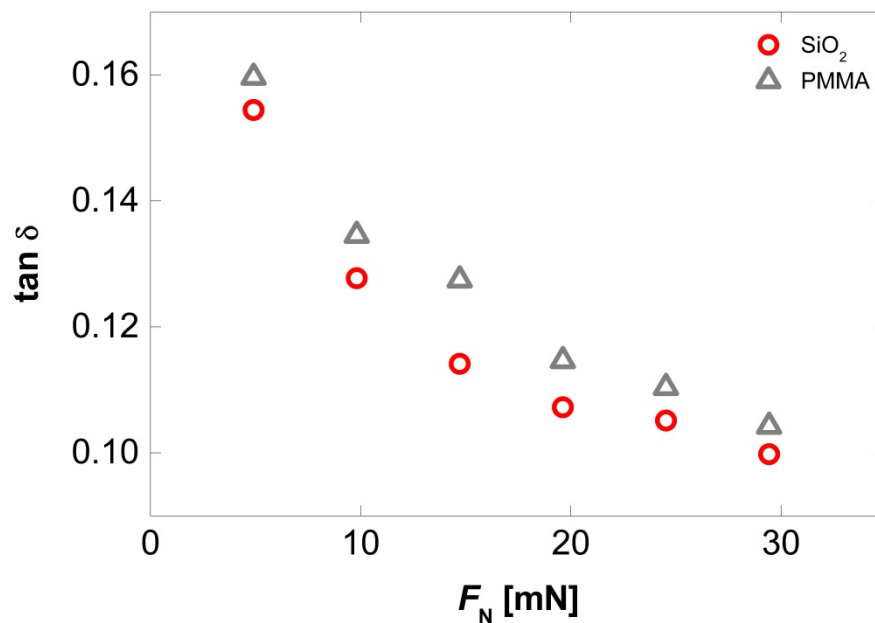


Abbildung 46 – Verlustwinkel beim Einzelkontakt unter kleinen Lasten

Unter kleinen Lasten hat sich gezeigt, dass die Halbwertsbreitenverschiebung konstant bleibt. Daher ist für den Verlustwinkel zu erwarten, dass dieser sich mit zunehmender Last verändert. Bei einem viskoelastischen Material würde eher ein konstanter Verlauf des Verlustwinkels mit zunehmender Krafteinwirkung erwartet werden. Der Verlauf des Verlustwinkels für die vorliegenden Messungen ist nicht konstant, sondern nimmt mit größeren Lasten ab (s. Abbildung 46).

8.2 Bestimmung unter großen Lasten

Mit Hilfe eines modifizierten Versuchsaufbaus ist es möglich, kontaktmechanische Messungen unter großen Lasten durchzuführen. Die genauen messtechnischen Parameter sind in Abschnitt 16.7.2 zu finden. Hierfür wurden Kugeln mit 2.1 mm Durchmesser auf ein PMMA-Plättchen mit einem Durchmesser von 5 mm aufgeklebt. Es wurde der Quarzhalter für große Lasten verwendet (s. Abbildung 41). Unter großen Lasten wird der Quarz sehr stark gedämpft. Das bedeutet, dass die Scheramplitude klein wird. Um diesem Effekt entgegenzuwirken, muss die Leistung der Anregung möglichst groß sein, um trotz der Dämpfung eine hohe Schwingungsamplitude zu erreichen. Aus diesem Grund wurde ein Transmissionschaltkreis mit Verstärker und dem Netzwerkanalysator E5100A verwendet. Die Messungen wurden auf der Fundamentalen eines 5 MHz Quarzes und dem dritten Oberton bei 15 MHz durchgeführt. Auf dem dritten Oberton zeigte sich ein anderer Verlauf, als auf der

Fundamentalen. Dieser wird in Abschnitt 11 separat diskutiert. Für die Auswertung der Kontaktsteifigkeit spielt dieser allerdings keine Rolle. Der Reibungskoeffizient konnte teilweise beim ersten Oberton nicht bestimmt werden, da hier die Steigung der Kurve benötigt wird. Die Messungen wurden auf drei unterschiedlichen Oberflächen durchgeführt: Gold, SiO_2 und PMMA. Aus der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung wurden über den Ordinatenabschnitt die Kontaktsteifigkeit und mit Hilfe der Steigung der partielle Reibungskoeffizient nach den Gleichungen, die in Abschnitt 2.1.1 erläutert wurden, berechnet.

Die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen verhalten sich bei einem SiO_2 -beschichteten Quarz in einem Lastbereich von 0 bis ungefähr 5 N linear und gehen dann in einen Plateaubereich über (s. Abbildung 47). Hierbei ist die Frequenzverschiebung des ersten messbaren Obertons geringer als die der Fundamentalen. Es handelt sich um sehr große Frequenzverschiebungen, die im Größenordnungsbereich von bis zu 3000 Hz liegen. Im Vergleich dazu liegen die Frequenzverschiebungen bei kleinen Lasten nur im Bereich von mehreren Hundert Hz. Wird die Halbwertsbreitenverschiebung betrachtet, zeigt die Fundamentale einen ähnlichen Verlauf wie der erste anregbare Oberton. Die Verschiebungen nehmen hier ähnliche Werte an. Die Halbwertsbreitenverschiebungen liegen im Bereich von 0 bis 1000 Hz.

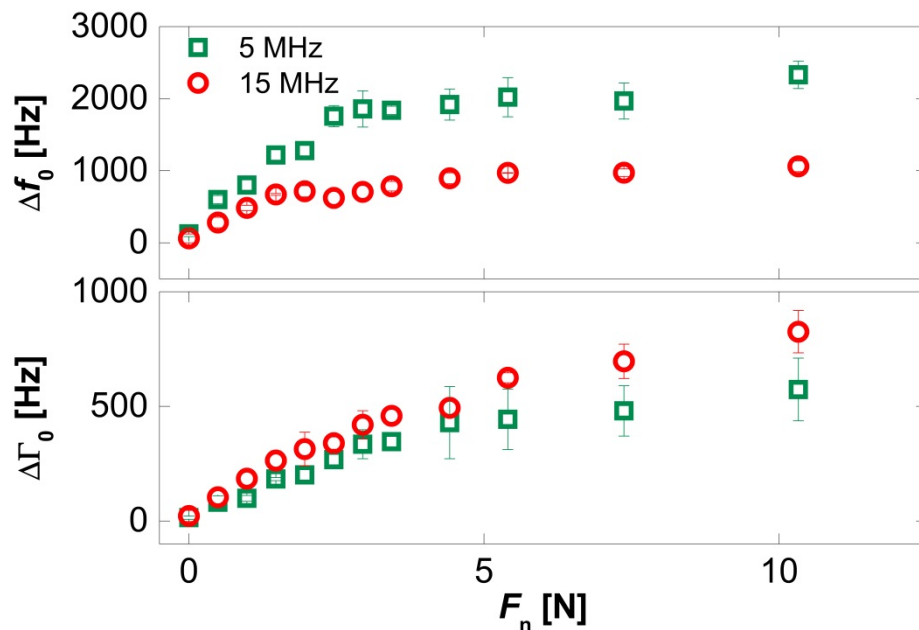


Abbildung 47 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen für einen SiO_2 -beschichteten Quarz bei großen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen eines 5 MHz Quarzes und des dritten Obertons bei 15 MHz

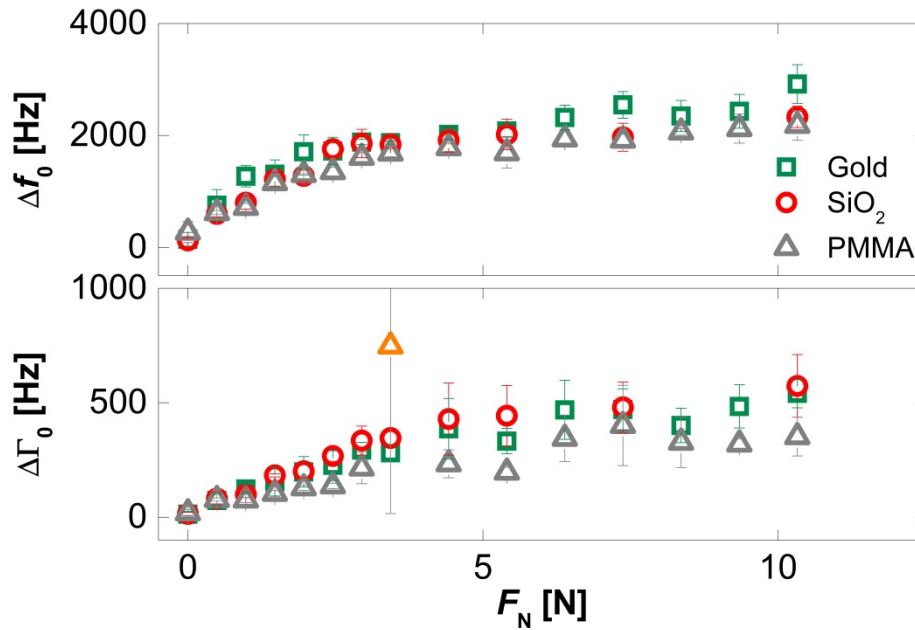


Abbildung 48 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei hohen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Werden die unterschiedlichen Beschichtungen miteinander verglichen, kann festgehalten werden, dass alle ein ähnliches Verhalten zeigen. Der lineare Anfangsbereich geht zwischen 4 und 5 N auf einen konstanten Wert und bildet dort ein Plateau (s. Abbildung 48). Der orangefarbene Datenpunkt bei der Halbwertsbreitenverschiebung stellt einen Ausreißer dar, der für die folgenden Berechnungen nicht mit berücksichtigt wurde. Eine Tendenz bei den unterschiedlichen Beschichtungen ist nur sehr schwer zu erkennen. Es zeigt sich, dass PMMA die geringste Frequenzverschiebung aufweist. Diese Tendenz wird beim dritten Oberton (15 MHz) stärker sichtbar (s. Abbildung 49). Es wird deutlich, dass die PMMA-Beschichtung die geringsten Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen aufweist. Gold zeigt den höchsten Wert für die Verschiebung. Die Frequenzverschiebung beim dritten Oberton ist nicht so hoch wie auf der Fundamentalen. Hier liegt der Wert für die höchste Verschiebung bei 2000 Hz.

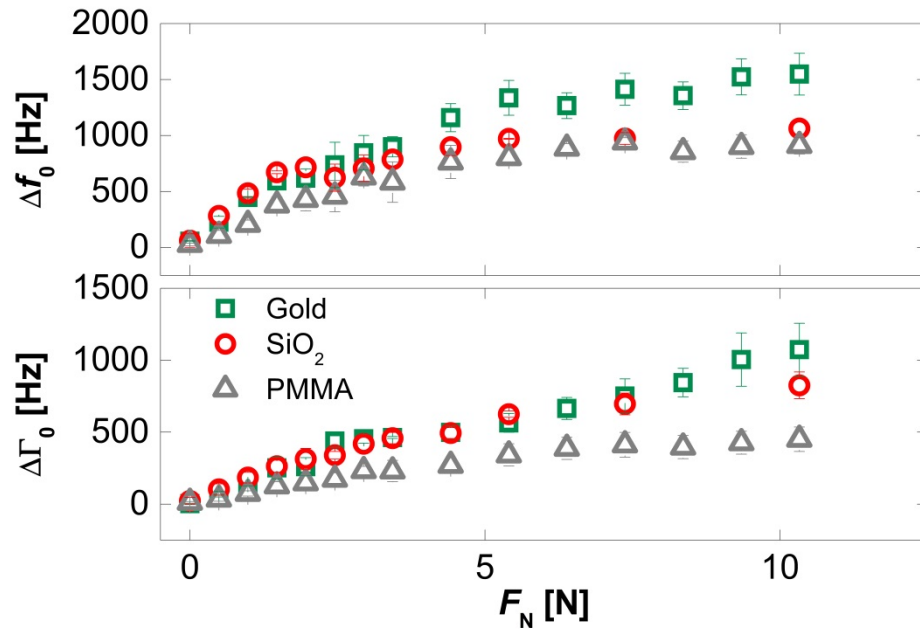


Abbildung 49 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei hohen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) beim dritten Oberton (15 MHz)

Die Werte der Kontaktsteifigkeiten liegen im Bereich von 10^5 N/m für die Fundamentale. Die Tendenz der unterschiedlichen Beschichtungen zeichnet sich auch hier wieder ab, da die Frequenzverschiebung proportional zur Kontaktsteifigkeit ist. Im Folgenden wird zwischen der Kontaktsteifigkeit aus der Frequenzverschiebung κ' und der Kontaktsteifigkeit aus der Halbwertsbreitenverschiebung κ'' unterschieden. Hierbei nimmt κ' einen deutlich höheren Wert an als κ'' (s. Abbildung 50).

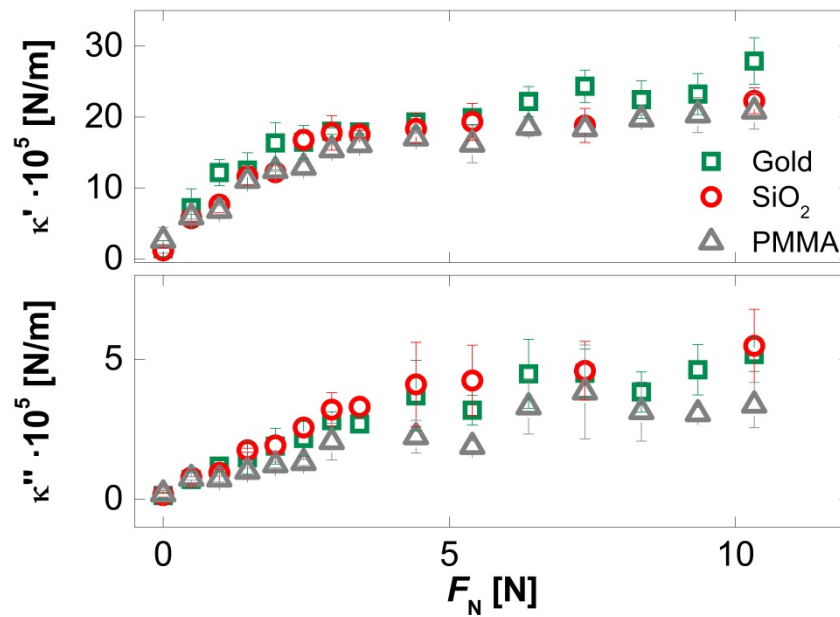


Abbildung 50 – Kontaktsteifigkeiten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei hohen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Für den dritten Oberton sieht der Verlauf ähnlich aus. Hier liegen die Werte für die Kontaktsteifigkeit sowohl für κ' also auch für κ'' deutlich höher als bei der Fundamental (s. Abbildung 51).

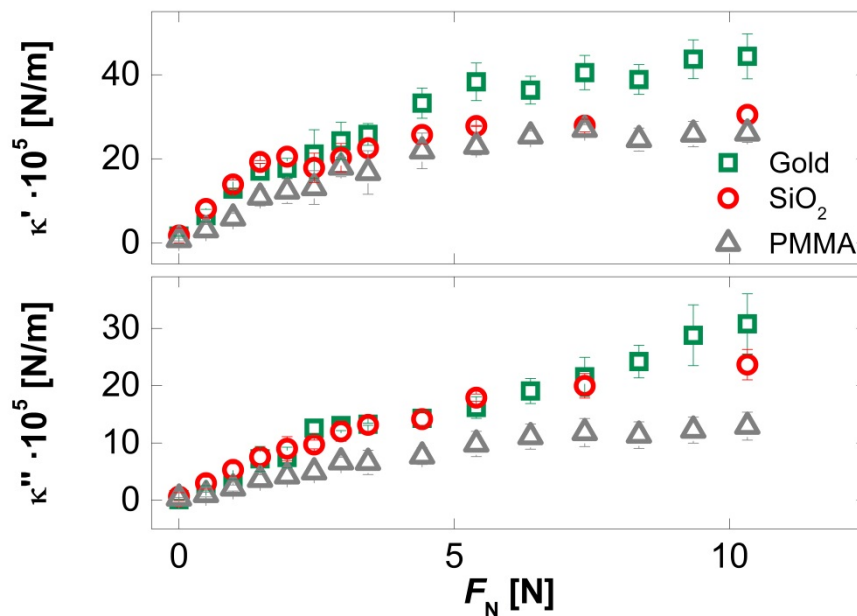


Abbildung 51 – Kontaktsteifigkeiten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei hohen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) beim dritten Oberton (15 MHz)

Für den Verlustfaktor ergeben sich für die Fundamentale und den dritten Oberton aus den aufgeführten Kontaktsteifigkeiten die Werte in Abbildung 52. Der Verlauf von $\tan \delta$ ist unter der Betrachtung der Kontaktsteifigkeiten nicht verwunderlich. Am Anfang steigt er linear mit steigender Last an bis er ein Plateau erreicht und dann konstant bleibt (s. Abbildung 52). Die erhaltenen Werte sind für den dritten Oberton (15 MHz) etwas höher als auf der Fundamentalen. Auf dieser wird ein Wert um 0.2 bei der höchsten Last erreicht.

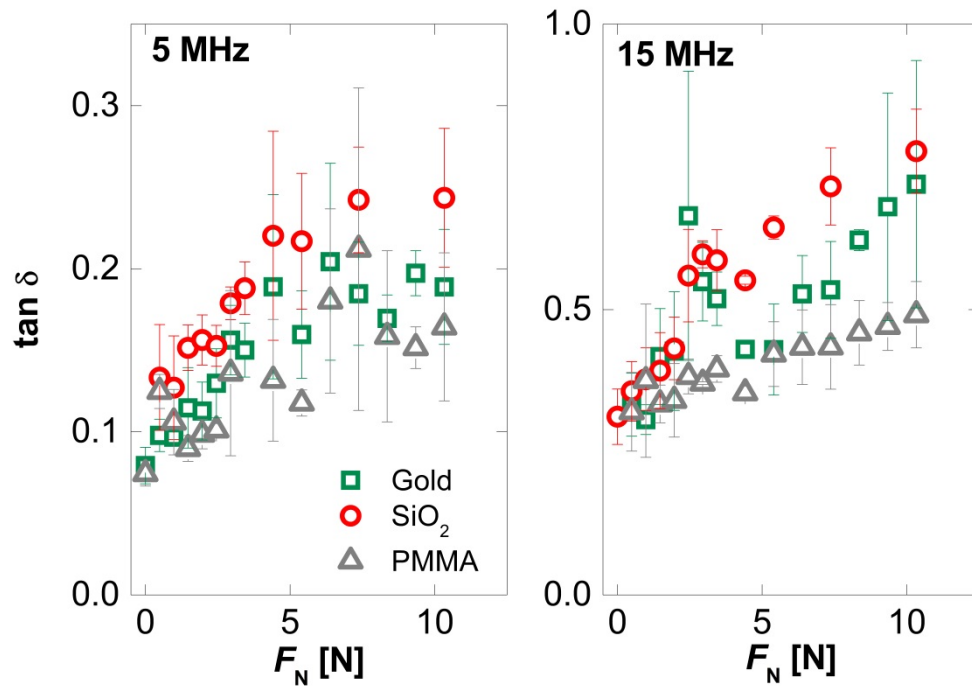


Abbildung 52 – Verlustwinkel beim Einzelkontakt unter großen Lasten auf der Fundamentalen bei 5 MHz und dem dritten Oberton (15 MHz)

Die Berechnung des Reibungskoeffizienten war für die Halbwertsbreitenverschiebung teilweise nicht möglich, daher werden nur die berechneten Werte aus der Frequenzverschiebung gezeigt. Der Reibungskoeffizient nimmt für den Einzelkontakt mit großen Lasten sehr kleine Werte an. Sie liegen im Bereich von 0 und 0.05. Es ist kein Trend bei der Erhöhung der Last zu erkennen.

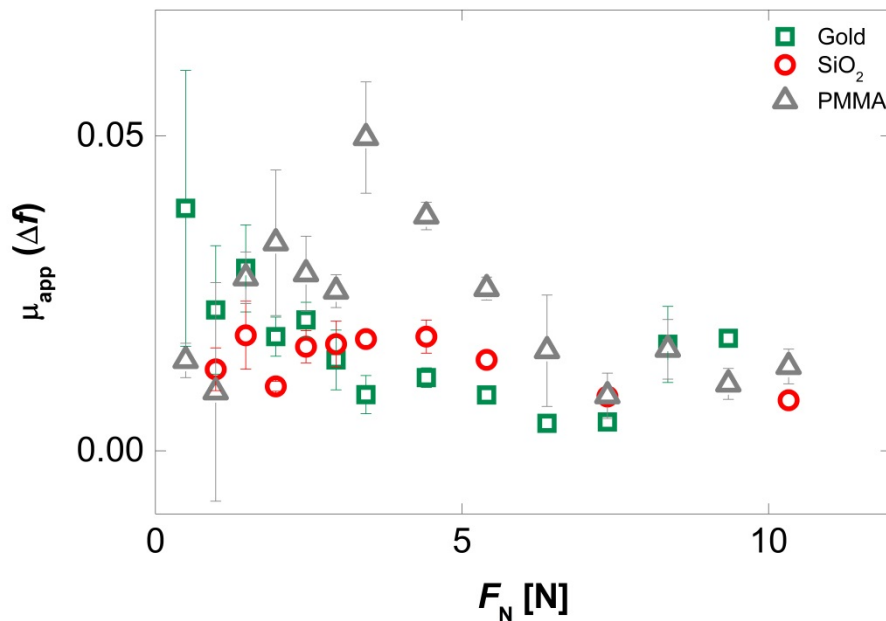


Abbildung 53 – Reibungskoeffizienten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei großen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Für kleinere Lasten ist die Standardabweichung etwas größer. Zwischen der Gold- und SiO₂-Beschichtung kann kein signifikanter Unterschied erkannt werden. Bei der PMMA-Beschichtung liegt der Wert für den Reibungskoeffizienten etwas höher als bei den anderen beiden Beschichtungen.

8.3 Zusammenfassung zum Einzelkontakt

Mit der Schwingquarzmikrowaage ist es möglich die tribologischen Parameter – Kontaktsteifigkeit und Reibungskoeffizient – für den Einzelkontakt sowohl für kleine als auch große Lasten zu bestimmen. Für kleine Lasten findet im unteren Scheramplitudenbereich sowohl Partial Slip als auch der Übergang zum Gross Slip statt. Bei der Ausübung größeren Lasten kann jedoch nur Partial Slip beobachtet werden. Dabei verhält sich die Frequenzverschiebung proportional zur ausgeübten Kraft und kann mit Hilfe eines JKR-Fits angenähert werden. Über diesen Fit ist es möglich den elastischen Modul und die Oberflächenenergie zu berechnen. Bei kleinen Lasten bleiben die Werte für die Halbwertsbreitenverschiebung über den gesamten Lastbereich konstant. Die Werte des Verlustwinkels sind wider Erwarten nicht konstant, sondern nehmen zu größeren Lasten ab. Würde der Energieverlust im Material abgebaut, müsste der Verlauf konstant sein, so wie bei der Halbwertsbreitenverschiebung. Die Abnahme des Verlustwinkels deutet auf Grenzflächenprozesse hin.

Es wurden unterschiedliche Beschichtungen vermessen. Dabei stellte sich heraus, dass bei kleinen Lasten nur im Reibungskoeffizienten eine kleine Tendenz zwischen den Werten der Beschichtungen zu erkennen war. Bei der Frequenzverschiebung und der Kontaktsteifigkeit sind die Werte nahezu identisch. Für den Reibungskoeffizienten ergab sich eine exponentielle Abnahme bei größeren Lasten (s. Abbildung 45). Dies ist ein nicht erwartetes Verhalten, da normalerweise mit zunehmendem Anpressdruck auch der Reibungskoeffizient konstant bleiben sollte. Die Kontaktsteifigkeit verhält sich wie erwartet. Sie steigt mit zunehmender Last an, da auch der Kontaktradius mit zunehmender Last größer wird (s. Abbildung 54).

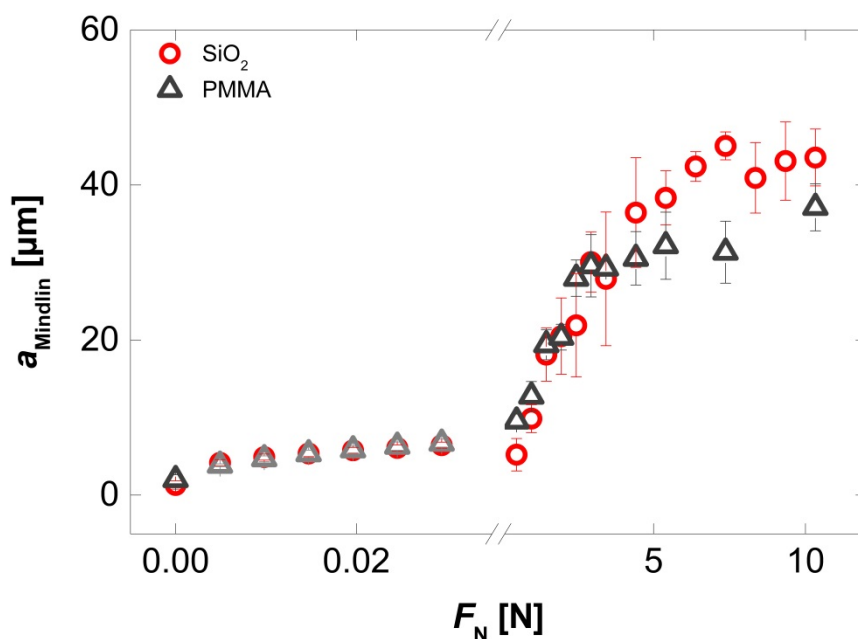


Abbildung 54 – Kontaktradius nach Mindlin für den Einzelkontakt bei kleinen und großen Kräften für unterschiedliche Beschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Für kleine Kräfte bleibt der Kontaktradius fast konstant, wenn er über den gesamten Kräftebereich betrachtet wird und steigt dann stark an bis er ab etwa 5 N gegen einen Grenzwert läuft. Unter kleinen Kräften zeigt sich kein großer Unterschied zwischen dem Kontaktradius auf der PMMA- und SiO₂-Beschichtung. Für die SiO₂-Beschichtung wird der Radius unter hohen Kräften größer. Dies könnte mit der Art der Beschichtung zusammenhängen. Beim PMMA-Film werden die Kugeln bis zu einem bestimmten Punkt in das Polymer hineingedrückt. Das Gleiten wird dadurch verhindert. Die Kugeln werden eher im Polymer festgehalten, wodurch der niedrigere Kontaktradius auftritt. Bei der SiO₂-Beschichtung sinken die Kugeln gar nicht in das Material ein sondern gleiten auf der

Oberfläche. Aus dem Grund können auch größere Kontaktradien erreicht werden. Auffällig ist jedoch, dass die Goldbeschichtung den höchsten Kontaktradius aufweist, wenn alle drei Materialien unter hohen Kräften betrachtet werden. Die Goldbeschichtung zeigte allerdings auch die höchste Verschleißreibung (s. Abbildung 55).

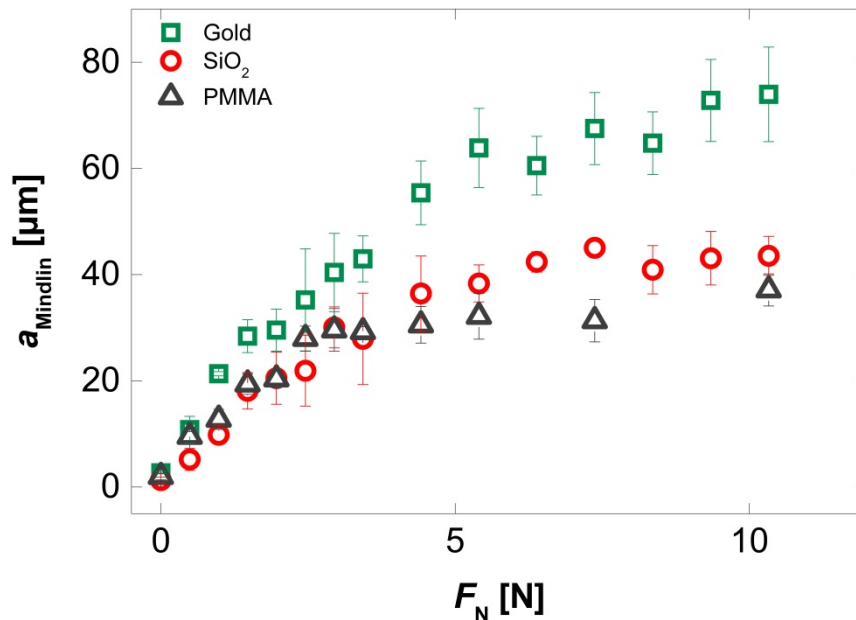


Abbildung 55 – Kontaktradius nach MINDLIN unter hohen Kräften beim Einzelkontakt für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Durch einen modifizierten Versuchsaufbau, der durch einen Verstärker ergänzt wurde, ist es möglich die Bestimmung auch unter großen Lasten durchzuführen. Es konnte sogar nicht nur auf der Fundamentalen gemessen werden, sondern auch auf dem dritten Oberton (15 MHz). Bei der Frequenzverschiebung zeigte sich, dass es einen linearen Bereich bei zunehmender Kraft gibt, der in einen Grenzwert läuft. Hierbei zeigten die Messungen auf der Fundamentalen deutlich höhere Verschiebungen als beim dritten Oberton. Die Frequenzverschiebung verhält sich gemäß dem DYBWAD-Fall mit $1/n$, wobei n für die Obertonordnung steht. Die Halbwertsbreitenverschiebung zeigt einen ähnlichen Verlauf wie die Verschiebung der Resonanzfrequenz. Es überrascht daher nicht, dass sich für die Kontaktsteifigkeit ähnliche Verläufe ergeben. Für den Verlustwinkel kann auch ein solcher Verlauf beobachtet werden. Der Reibungskoeffizient zeigt allerdings bei großen Lasten einen eher konstanten Verlauf. Es kann keine Tendenz bei den unterschiedlichen Beschichtungen ausgemacht werden.

Werden die Messergebnisse von kleinen und großen Lasten zusammengeführt, ergibt sich, dass der Reibungskoeffizient exponentiell abnimmt. Bei hohen Lasten erreicht er einen

Grenzwert (s. Abbildung 56). Bei kleineren Lasten weist der Reibungskoeffizient für die SiO_2 -Beschichtung kleinere Werte auf als für die PMMA-Beschichtung. Dies kann stoffspezifisch begründet sein.

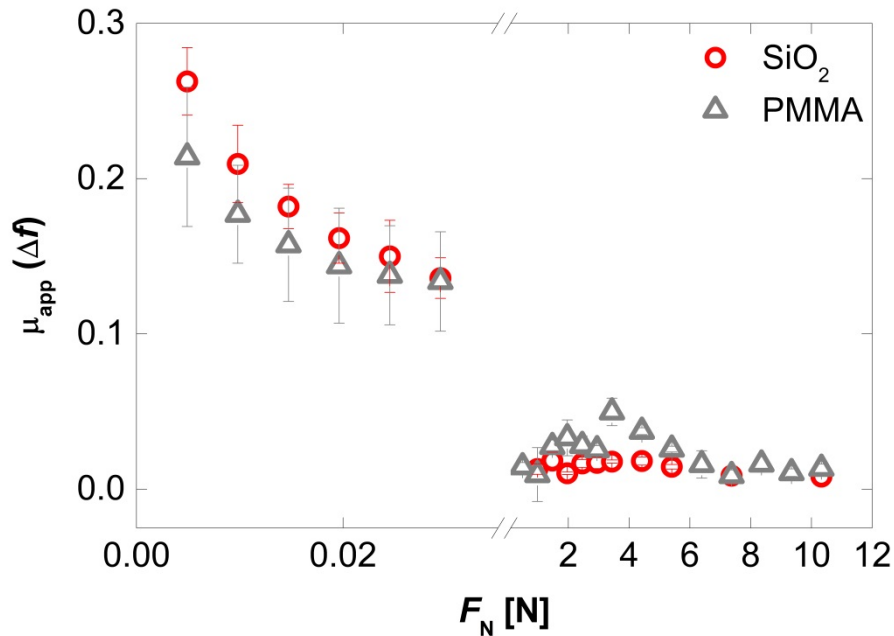


Abbildung 56 – Reibungskoeffizienten für unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes bei kleinen und großen Lasten mit drei Kugeln (2.1 mm Durchmesser) auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Die Abnahme des Reibungskoeffizienten mit steigender Last kann über das Prinzip des Kontaktsplittings erklärt werden. Die Spannungsverteilung verändert sich mit der Veränderung des Kontaktradius.

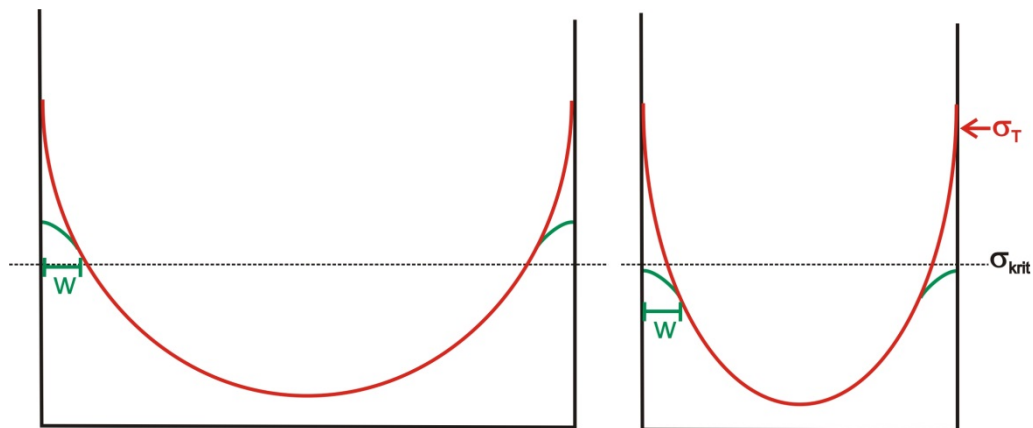


Abbildung 57 – Schematischer Verlauf der tangentialen Spannungsverteilung bei einem breiten (links) und schmaleren Kontakt (rechts)

Es gibt Mechanismen mit denen Partial Slip unterdrückt werden kann. Es existiert eine kritische Spannung oberhalb derer Partial Slip auftritt (s. Abbildung 57). Beim HERTZ'schen Kontakt würde die tangentielle Spannung am Rand gegen unendlich gehen. Dies kann nicht passieren, so dass sich die tangentielle Spannungsverteilung am Randbereich anders verhalten muss. Bei einem breiten Kontakt verläuft diese deutlich flacher, liegt aber immer noch oberhalb der kritischen Spannung und Partial Slip tritt auf. Bei schmalen Kontakten nimmt diese Breite w im Verhältnis zum Kontaktradius zu und rutscht somit unter die kritische Spannung. Hierdurch wird Partial Slip unterdrückt. Beim Einzelkontakt verhält sich dies ähnlich zu einem schmalen Kontakt, weswegen der Bereich in dem Partial Slip vorkommt sehr klein ist und mit zunehmender Kraft abnimmt.

9 Kontaktsteifigkeiten und Reibungskoeffizienten rauer Oberflächen unter hohen Scheramplituden

Mit der Schwingquarzmikrowaage wurden raue Oberflächen bis jetzt noch nicht untersucht. Es stellte sich die Frage, ob es möglich ist, diese analog zu den Kugeln im Rahmen der Einzelkontaktmessungen zu vermessen. Zusätzlich war unklar ob raue Oberflächen einen ähnlichen Verlauf der Messdaten aufweisen, sprich die Modelle die beim Einzelkontakt angewendet worden sind auch für den Multikontakt übernommen werden können. Es muss zwingend beachtet werden, dass alles auf eine Fläche und nicht auf einen Punkt bezogen wird. Das bedeutet, dass statt einer Kraft nun ein Druck betrachtet wird.

9.1 Bestimmung unter hohen Drücken

Für raue Oberflächen erfolgten die tribologischen Messungen unter hohen Drücken mit demselben Aufbau wie beim Einzelkontakt. Der Quarz wurde zwischen den beiden angerauten Plättchen eingeklemmt und von oben wurde ein Druck ausgeübt. Es wurden drei Plättchen untersucht, die mit unterschiedlich gekörntem Schleifpapier bearbeitet wurden. Zusätzlich sind drei unterschiedliche Beschichtungen des Quarzes untersucht worden. Es konnte durch den modifizierten Versuchsaufbau nicht nur auf der Fundamentalen sondern auf dem ersten und teilweise dritten anregbaren Oberton (15 MHz und 25 MHz) gemessen werden. Bei den Obertönen zeigte sich ein ähnliches Verhalten wie beim Einzelkontakt. Dieses Verhalten wird in Abschnitt 11 diskutiert. Dieser Abschnitt befasst sich in erster Linie mit der Bestimmung kontaktmechanischer Parameter.

Eine der ersten Fragen, die sich dabei stellt war, ob Partial Slip überhaupt bei rauen Oberflächen zu finden ist. Abbildung 58 dient als Beispiel für den typischen Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen. Es wird sehr schön deutlich, dass mit steigendem Druck die Schwingungsamplitude abnimmt. Diese ist durch die hohe Dämpfung des Quarzes begründet, die durch den hohen Druck verursacht wird. Bei niedrigen Drücken zeigt sich, dass aufgrund der hohen Schwingungsamplitude ein vollständiges Abgleiten des Kontaktes erfolgt. Wird der Druck langsam erhöht, nimmt der Anteil an Partial Slip deutlich zu. Unter hohen Drücken ist nur noch Partial Slip möglich (s. Abbildung 58, roter Bereich).

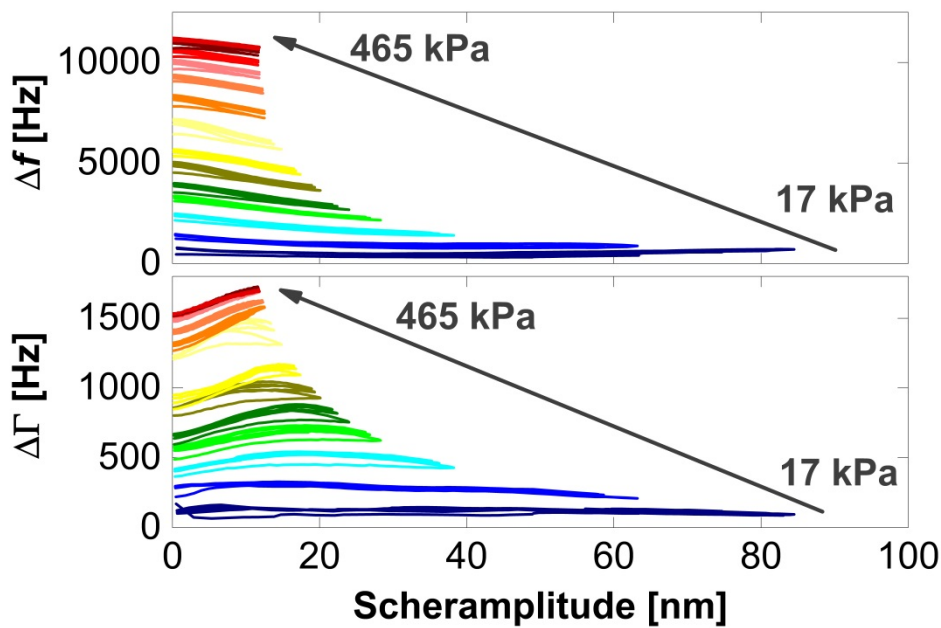


Abbildung 58 – Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen unter hohen Drücken durch PMMA-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurde, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Aus den Kurven wurden über den Ordinatenabschnitt und die Steigung κ und μ_{app} berechnet. Durch die Ordinatenabschnitte für Δf_0 und $\Delta \Gamma_0$ ergibt sich der in Abbildung 59 gezeigte Verlauf. Es zeigt sich ein linearer Anstieg, der in einen konstanten Bereich übergeht. Für die unterschiedlich rauen Oberflächen ergibt sich auf einem goldbeschichteten Quarz folgender Verlauf: Beim linearen Anstiegsbereich kann bis etwa 150 kPa Druck kaum ein Unterschied zwischen den einzelnen Plättchen ausgemacht werden. Im sich danach ausbildenden Plateau variieren die Werte für die unterschiedlichen Oberflächen. Hier liegt die Frequenzverschiebung des Plättchens, bearbeitet mit einer Körnung von P240, am höchsten und der Wert des PMMA-Plättchens, bearbeitet mit einer Körnung von P320, am niedrigsten. Die Frequenzverschiebung liegt in einem Größenordnungsbereich von 10 kHz und die Halbwertsbreitenverschiebung in einem Bereich von 2 kHz.

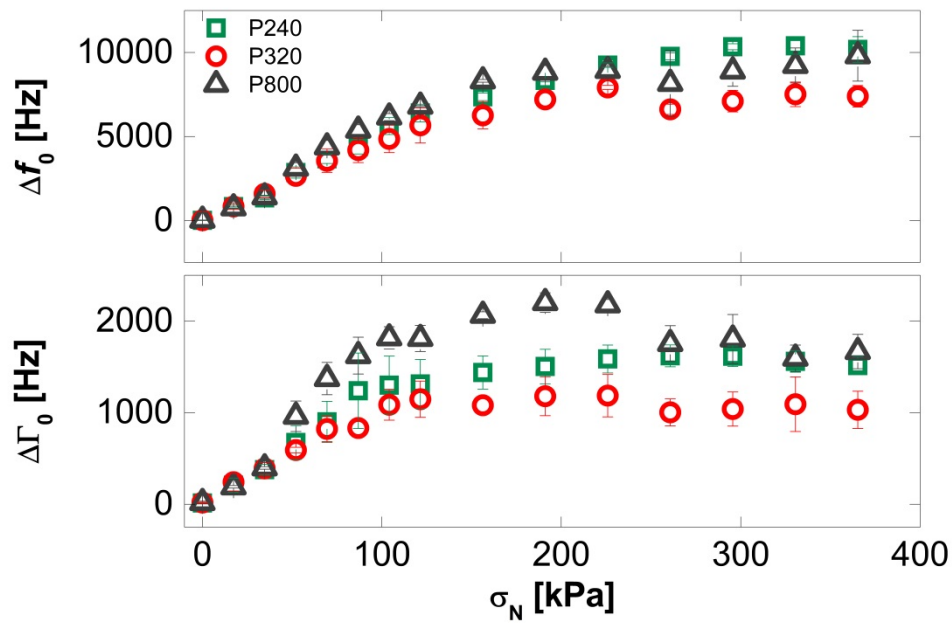


Abbildung 59 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf der Fundamentalen bei 5 MHz. Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

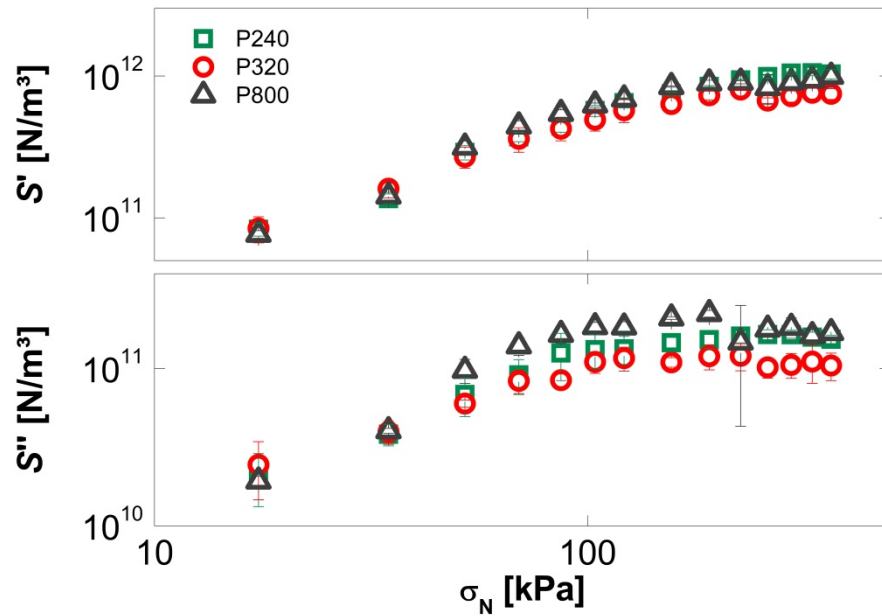


Abbildung 60 – Kontaktsteifigkeiten von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf der Fundamentalen bei 5 MHz. Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Für fraktale Oberflächen sollte die Kontaktsteifigkeit einem Potenzgesetz folgen. Damit würde sich für eine doppeltlogarithmische Auftragung eine Gerade ergeben. In Abschnitt 5.4 hat sich gezeigt, dass die hier untersuchten Oberflächen nur in einem bestimmten Bereich fraktale Eigenschaften aufweisen. In Abbildung 60 ist die Kontaktsteifigkeit dargestellt. Der Verlauf zeigt im unteren Bereich (kleine Drücke) eine lineare Abhängigkeit der doppeltlogarithmischen Auftragung, knickt dann allerdings ab und geht gegen einen Grenzwert. Dieses Verhalten passt zur Charakterisierung der Rauheit der untersuchten Oberflächen.

Für den Reibungskoeffizienten ergeben sich Werte im Bereich von 0 bis 0.3 (s. Abbildung 61). Hier zeigt sich ein konstanter Bereich bei kleineren Drücken. Bei höheren Drücken geht der konstante Bereich in einen linearen Anstieg über. Für das PMMA-Plättchen, bearbeitet mit Körnung P800, ergeben sich die höchsten Werte für den Reibungskoeffizienten, welcher aus Δf bestimmt wurde.

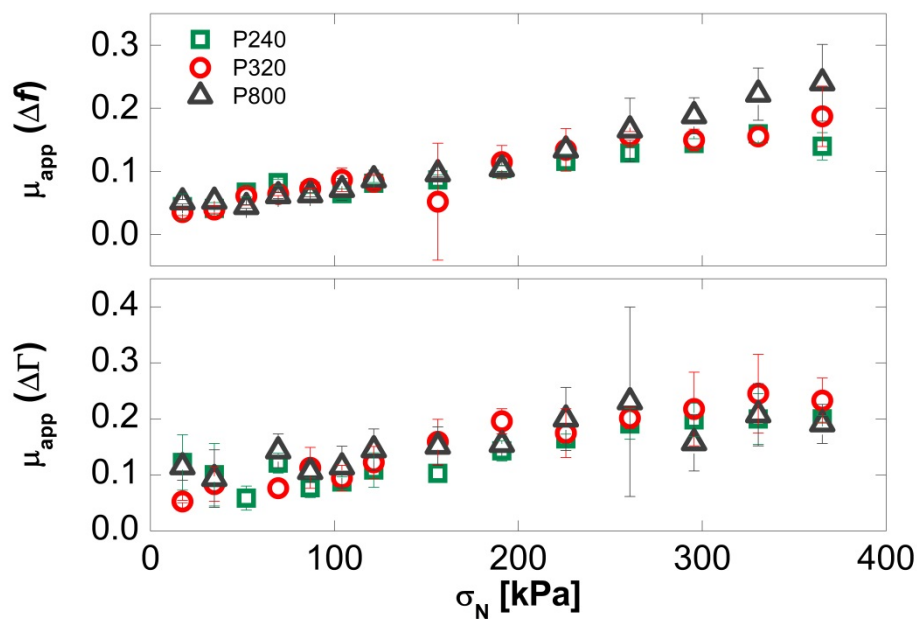


Abbildung 61 – Reibungskoeffizienten von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf der Fundamentalen bei 5 MHz. Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Für den dritten Oberton ergeben sich ähnliche Verläufe. Hier zeigt sich für die Kontaktsteifigkeit eine deutlich kleinere Steigung im linearen Bereich. Das Plateau wird schon bei kleineren Drücken gegenüber der Fundamental erreicht (s. Abbildung 62).

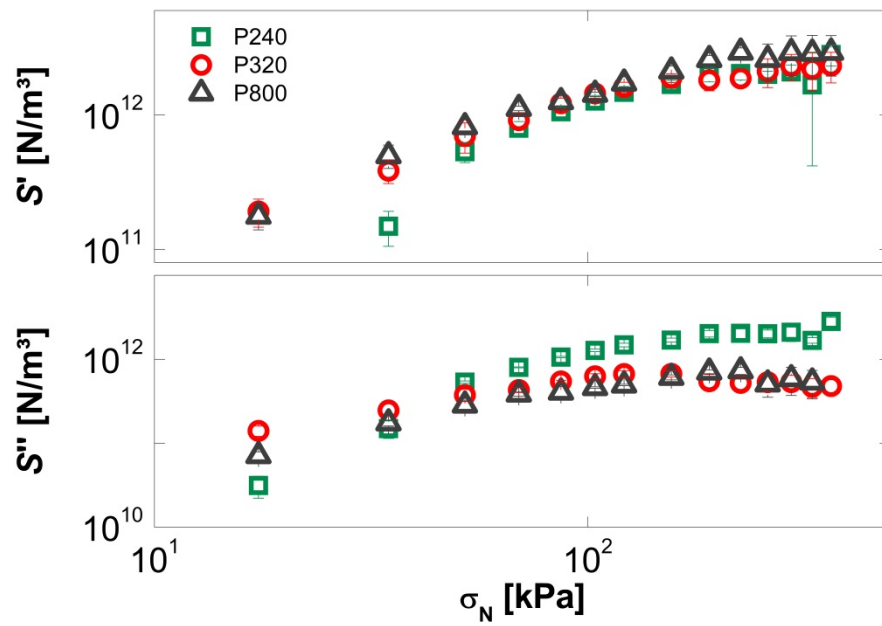


Abbildung 62 – Kontaktsteifigkeiten von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf dem dritten Oberton (15 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

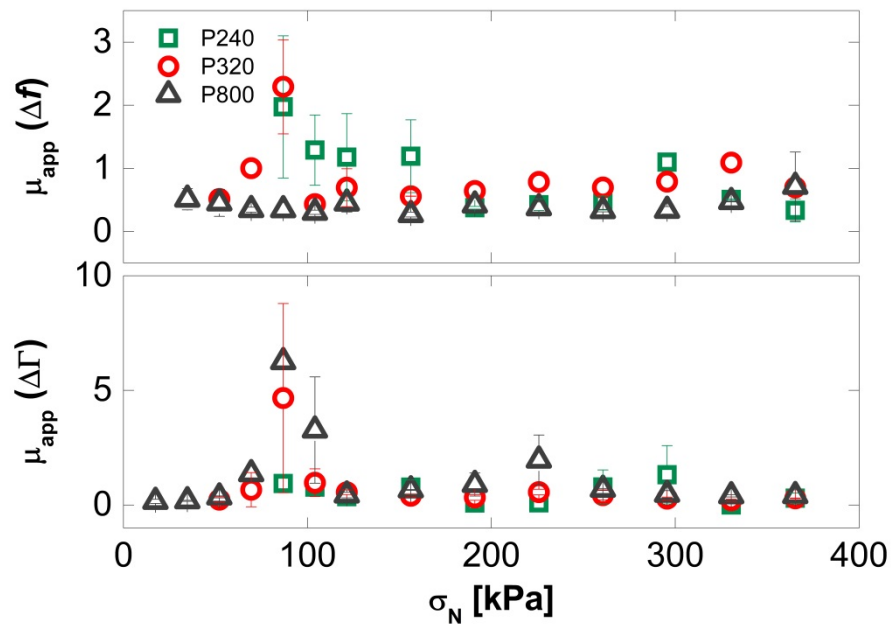


Abbildung 63 – Reibungskoeffizienten von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf dem dritten Oberton (15 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Für den Reibungskoeffizienten ergeben sich Werte zwischen 0 und 3 (s. Abbildung 63). Für die unterschiedlichen Oberflächen liegen die Werte in einer ähnlichen Größenordnung. Bei der Berechnung des Reibungskoeffizienten aus der Frequenzverschiebung weichen bei kleinen Drücken die Werte für das PMMA-Plättchen, bearbeitet mit einer P240-Körnung, und das PMMA Plättchen, bearbeitet mit einer P320-Körnung, ab und werden sehr groß.

Genauso wie beim Einzelkontakt kann auch für die rauen Oberflächen ein Verlustwinkel bestimmt werden (s. Abbildung 64). Die Werte für die Fundamentale sind auch hier deutlich niedriger als die des dritten Obertons. Des Weiteren zeigt sich, dass auf der Fundamentalen der Tangens des Verlustwinkels nahezu konstant um 0.2 ist und daher keine starke Abhängigkeit zum ausgeübten Druck zeigt. Beim dritten Oberton hingegen zeigt sich ein Abfall zu höheren Drücken bis zu einem Druck von 150 kPa. Anschließend pendelt der Wert um 0.4.

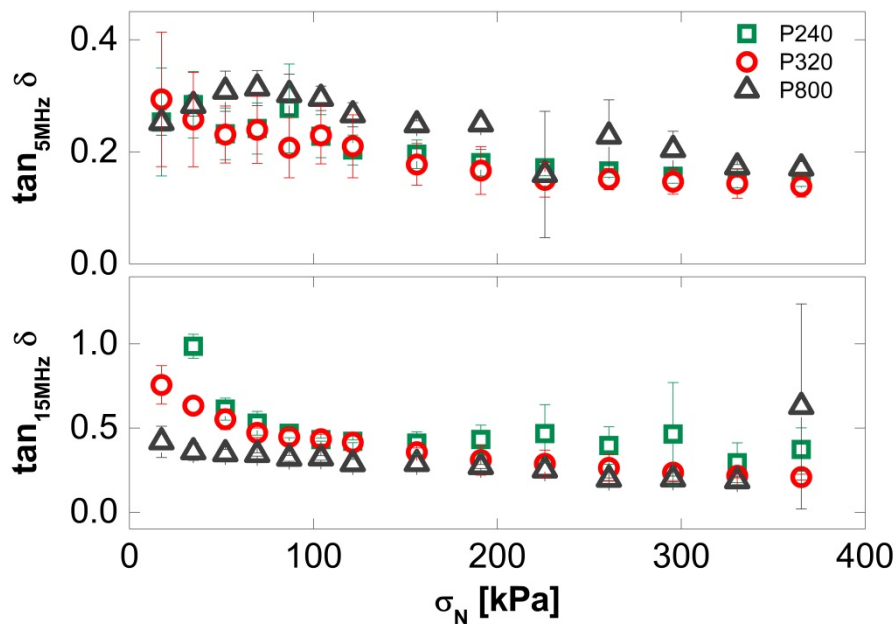


Abbildung 64 – Verlustwinkel von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz unter hohen Drücken auf der Fundamentalen (5 MHz) und dem dritten Oberton (15 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

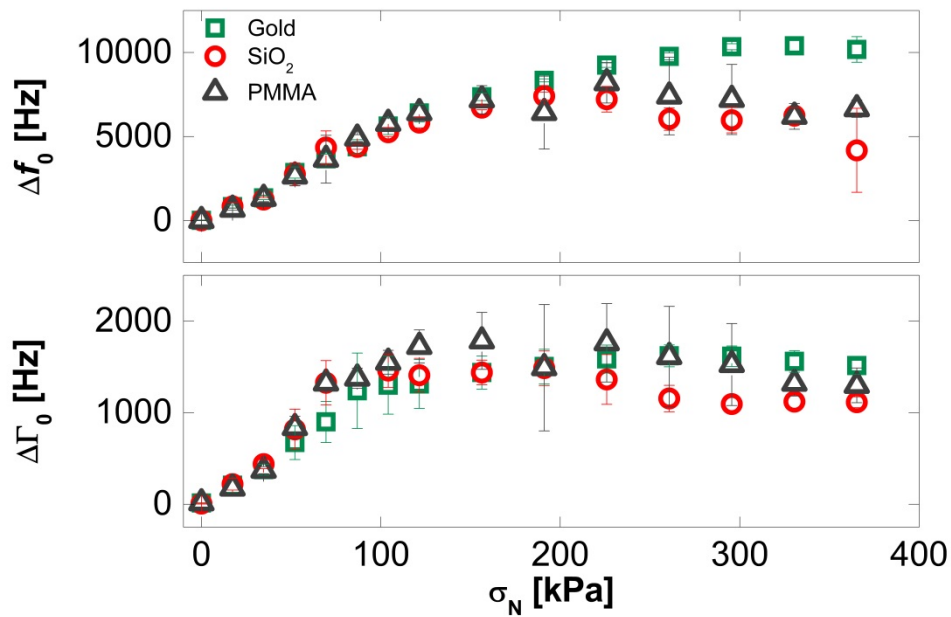


Abbildung 65 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen von PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P240, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Für das PMMA-Plättchen, bearbeitet mit einer Körnung von P240, ergibt sich für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung für unterschiedliche Beschichtungen der folgende Verlauf (s. Abbildung 65). Die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen steigen bis zu einem Druck von 150 kPa linear an und werden dann konstant. Im linearen Bereich zeigt sich kein Unterschied bei den Beschichtungen. Im Bereich ab 150 kPa zeigt sich ein konstanter Verlauf. Bei der SiO₂-Beschichtung und der PMMA-Beschichtung knickt die Gerade leicht nach unten ab. Dieser Verlauf kann bei der Fundamentalen beobachtet werden. Die Goldbeschichtung weist die größten Werte für die Frequenzverschiebung auf.

Für die Kontaktsteifigkeit und den Reibungskoeffizienten ergeben sich die typischen Verläufe (s. Abbildung 66). In der doppeltlogarithmischen Auftragung erfolgt ein Abknicken der Gerade ab einem Druck von 150 kPa. Hier spiegeln sich die Werte für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung wieder. Gold hat die höchsten Werte für die Kontaktsteifigkeit.

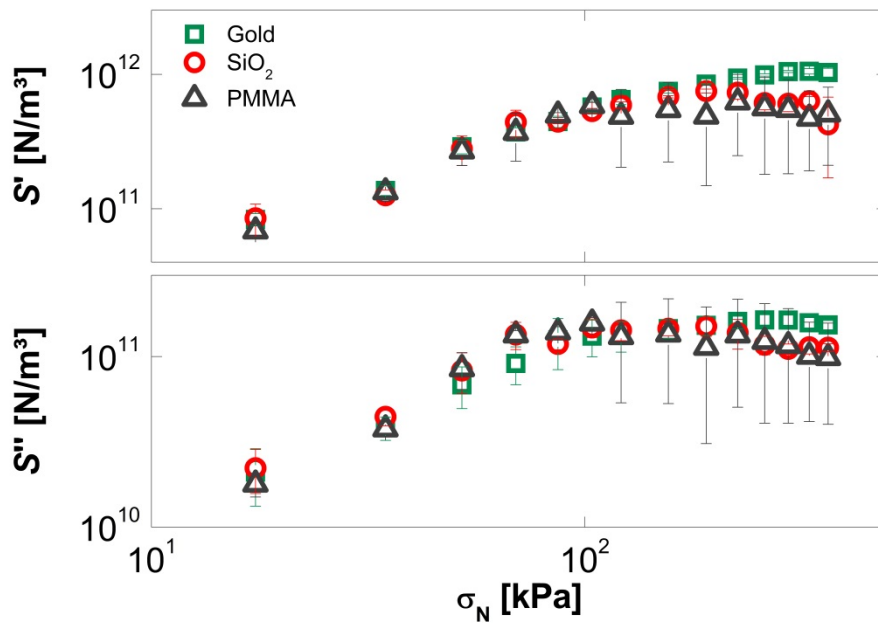


Abbildung 66 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P240, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

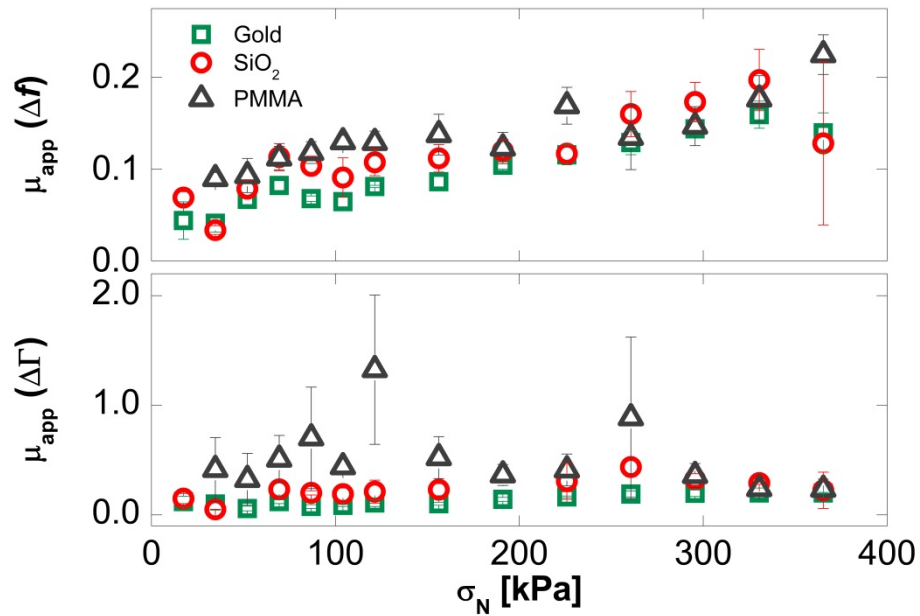


Abbildung 67 – Reibungskoeffizienten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P240, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Der Reibungskoeffizient zeigt bei den PMMA-Plättchen, bearbeitet mit einer Körnung von P240, eine lineare Abhängigkeit (s. Abbildung 67). Mit zunehmendem Druck steigt dieser bis er bei 365 kPa einen Wert von etwa 2 erreicht. Die Goldbeschichtung zeigt den

kleinsten Wert für den Reibungskoeffizienten. Für den dritten Oberton (15 MHz) zeigt sich diese Abhängigkeit noch deutlicher bei der Kontaktsteifigkeit (s. Abbildung 68).

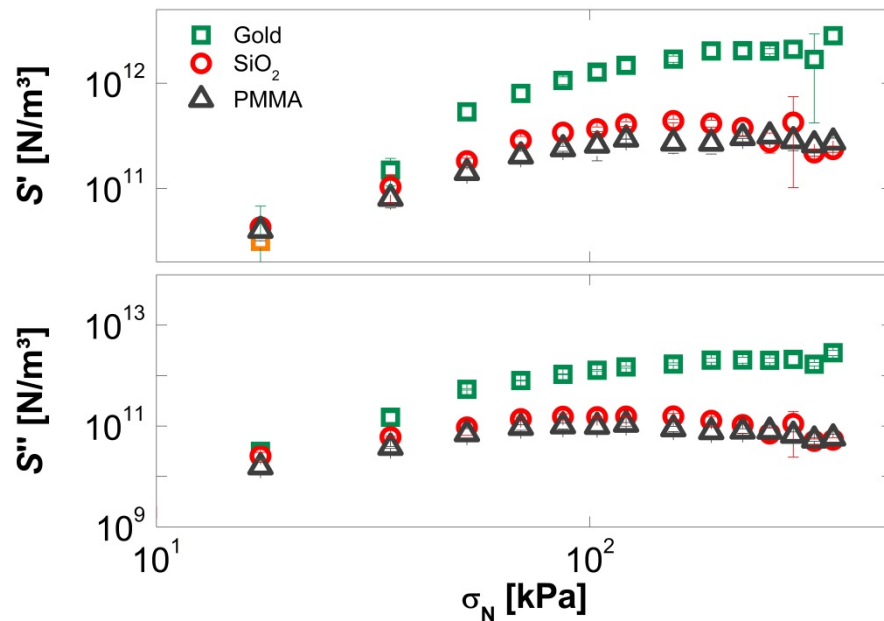


Abbildung 68 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P240, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf dem dritten Oberton bei 15 MHz

Für das PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P320 bearbeitet wurde, sehen die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen ähnlich aus. Bei der Frequenzverschiebung kommt kein klarer Trend zwischen den unterschiedlichen Beschichtungen heraus. Die PMMA-Beschichtung zeigt bei der Halbwertsbreitenverschiebung die höchsten Werte, während die anderen beiden sehr ähnlich sind (s. Abbildung 69). Die Verschiebung der Frequenz nimmt einen Grenzwert von 8000 Hz und die der Halbwertsbreite um 1800 Hz an.

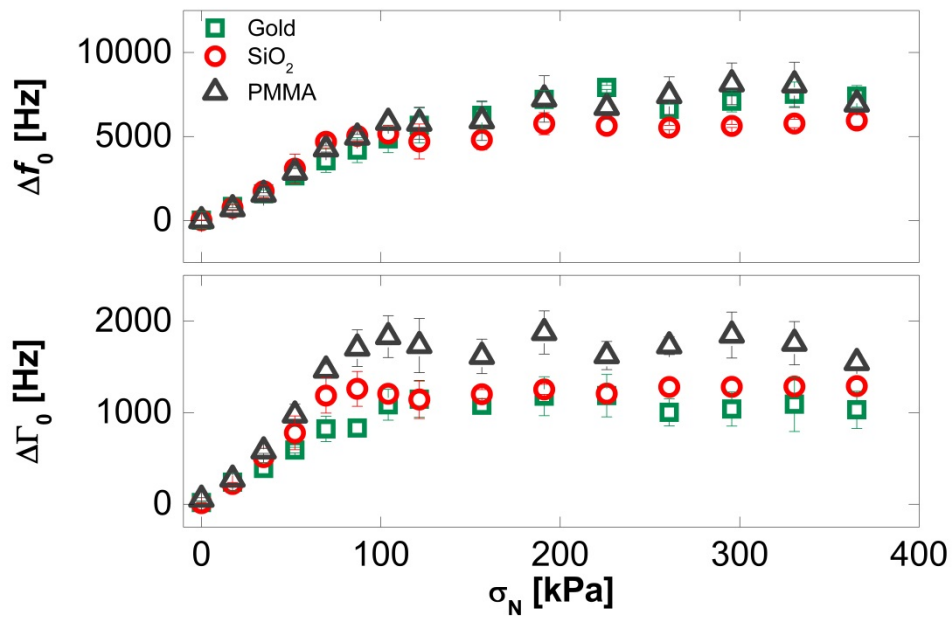


Abbildung 69 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P320, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

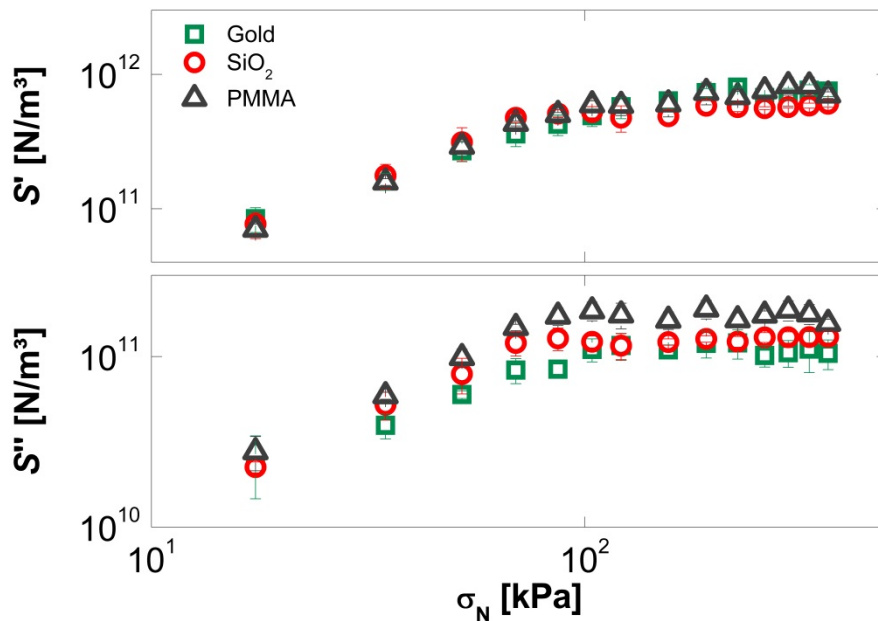


Abbildung 70 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P320, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Die Goldbeschichtung zeigt die höchsten Werte für die Kontaktsteifigkeit (s. Abbildung 70). Danach folgt der PMMA-Film und die kleinsten Werte werden für die SiO₂-Beschichtung erhalten. Die Oberfläche hat nur über einen bestimmten Bereich fraktale Eigenschaften, weshalb der lineare Anstiegsbereich zustande kommt. Für den Reibungs-

koeffizienten ergibt sich somit die umgekehrte Reihenfolge. Die niedrigsten Werte werden für Gold erhalten. Die SiO_2 -Beschichtung liegt im linearen Bereich am höchsten (s. Abbildung 71), wenn die aus der Frequenzverschiebung berechneten Werte für den Reibungskoeffizienten betrachtet werden.

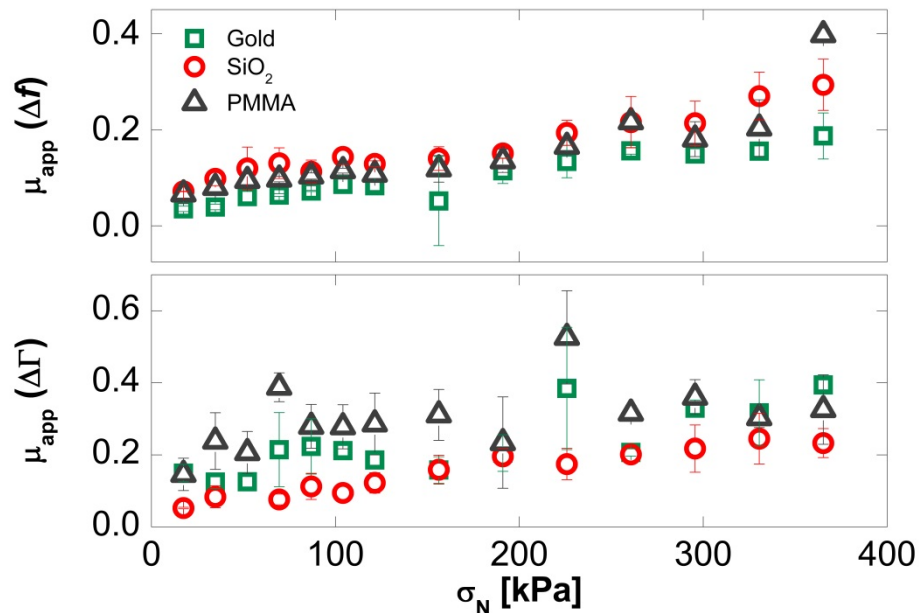


Abbildung 71 – Reibungskoeffizienten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P320, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

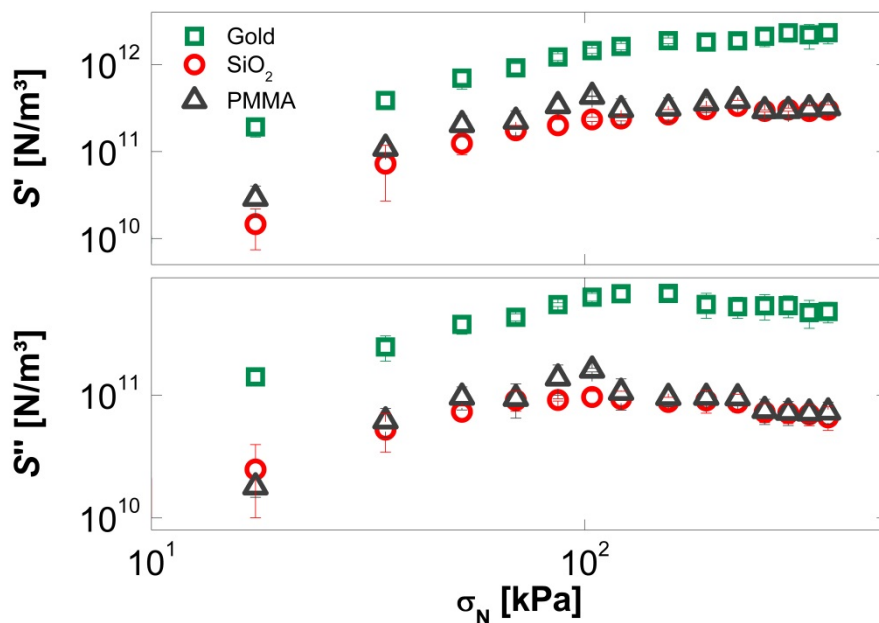


Abbildung 72 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P320, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf dem dritten Oberton bei 15 MHz

Für den dritten Oberton zeigt sich das gleiche Verhalten der Kontaktsteifigkeit wie bei der Fundamentalen. Die Werte für Gold liegen am höchsten. Die SiO_2 -Beschichtung weist die niedrigsten Werte auf (s. Abbildung 72).

Bei den Untersuchungen mit PMMA-Plättchen, die mit einer Körnung von P800 bearbeitet wurden, konnte der gleiche Verlauf für die Kontaktsteifigkeit und den Reibungskoeffizienten beobachtet werden (s. Abbildung 73). Alle Beschichtungen liegen bei einem ähnlichen Wert für die Kontaktsteifigkeit.

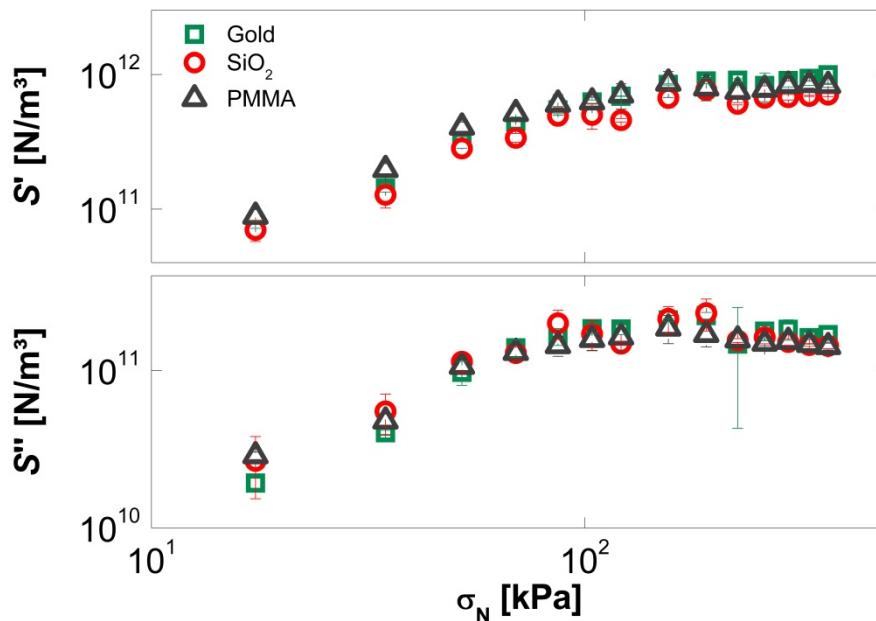


Abbildung 73 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P800, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Beim Reibungskoeffizienten ist auch kein klarer Trend zu erkennen. Die Werte liegen zwischen 0.1 (kleine Drücke) und 0.4 (hohe Drücke). Die Werte für die Frequenzverschiebung zeigen einen linearen Verlauf. Die Werte, die aus der Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wurden, schwanken um einen Wert von 0.25 (s. Abbildung 74). Die Kontaktsteifigkeiten für den dritten Oberton zeigt hingegen eine Tendenz (s. Abbildung 75). Die Goldbeschichtung weist hier die höchsten Werte auf.

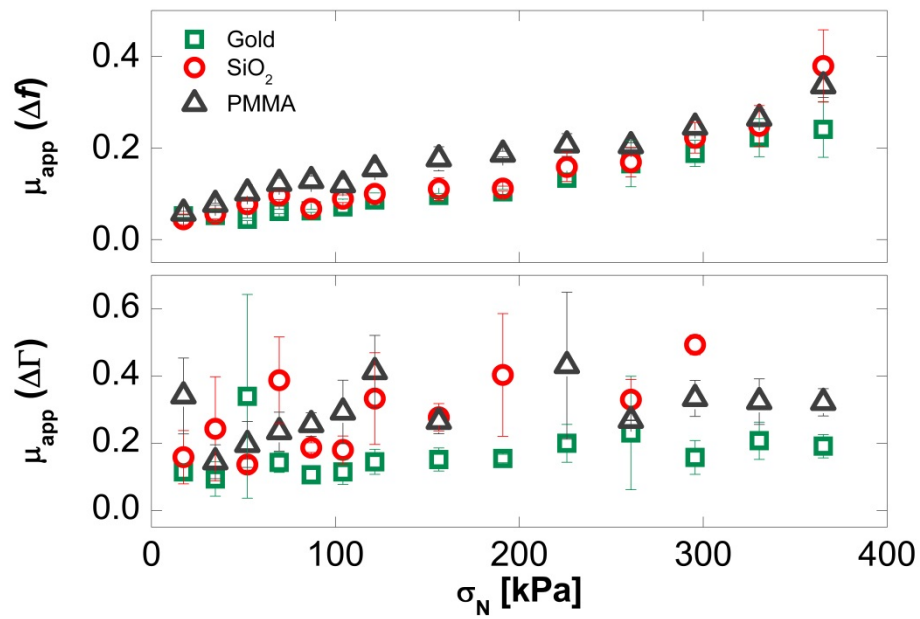


Abbildung 74 – Reibungskoeffizienten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P800, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

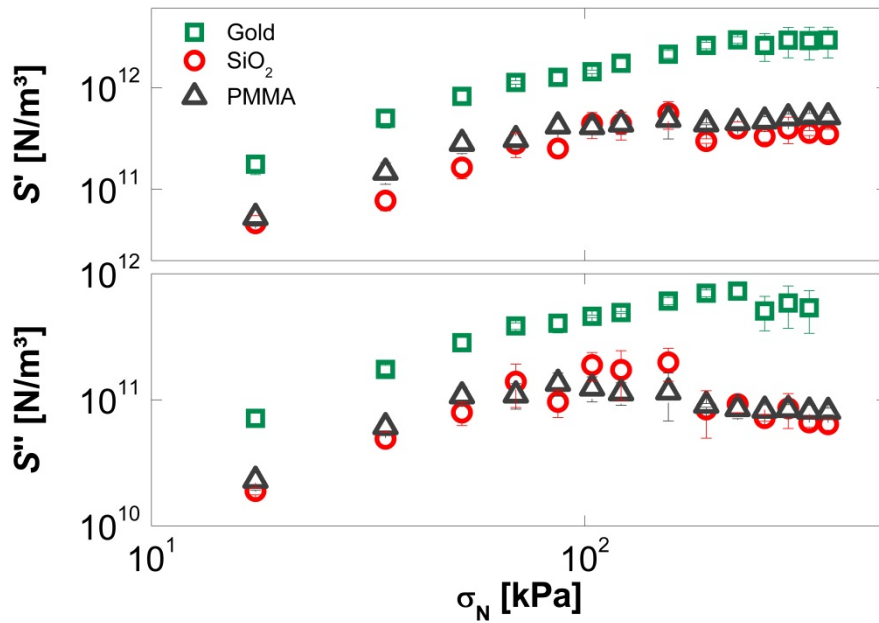


Abbildung 75 – Kontaktsteifigkeiten beim PMMA-Plättchen, bearbeitet mit der Körnung P800, für unterschiedliche Quarzbeschichtungen auf dem dritten Oberton bei 15 MHz

9.2 Bestimmung bei niedrigen Drücken

Das Hauptaugenmerk liegt auf den Messungen unter hohen Drücken. Es wurden allerdings zur Vollständigkeit und Vergleichbarkeit mit den Einzelkontakten auch Messungen bei niedrigen Drücken durchgeführt. Der Versuchsaufbau war in beiden Fällen identisch (s. Abschnitt 9.1). Es wurden drei unterschiedlich angeraute PMMA-Plättchen untersucht. Die Messungen wurden nur auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen durchgeführt. Für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen ergibt sich unter niedrigen Drücken eine fast lineare Abhängigkeit (s. Abbildung 76). Es ist ein deutlicher Unterschied zwischen den Oberflächen zu erkennen. Das PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P240 bearbeitet wurde, zeigt nur eine geringe Werte der Frequenzverschiebung bei der Zunahme zu höheren Drücken, sowie verglichen mit den anderen Plättchen die geringsten Werte für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen. Die höchsten Werte für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen zeigt das PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P800 bearbeitet wurde. Generell liegen die Frequenzverschiebungen zwischen 0 und 380 Hz. Die Halbwertsbreitenverschiebungen liegen im Bereich von 0 bis 70 Hz.

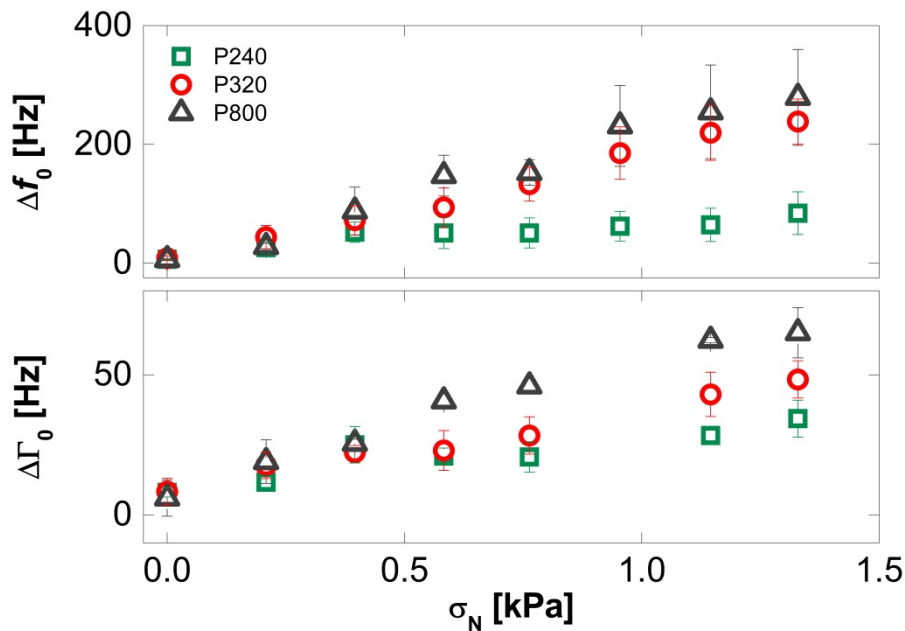


Abbildung 76 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen unter kleinen Drücken von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Für die Kontaktsteifigkeit ergibt sich, dass die PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P240 bearbeitet wurde, die niedrigsten Werte aufweisen und die PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P800 bearbeitet wurde, die höchsten (s. Abbildung 77).

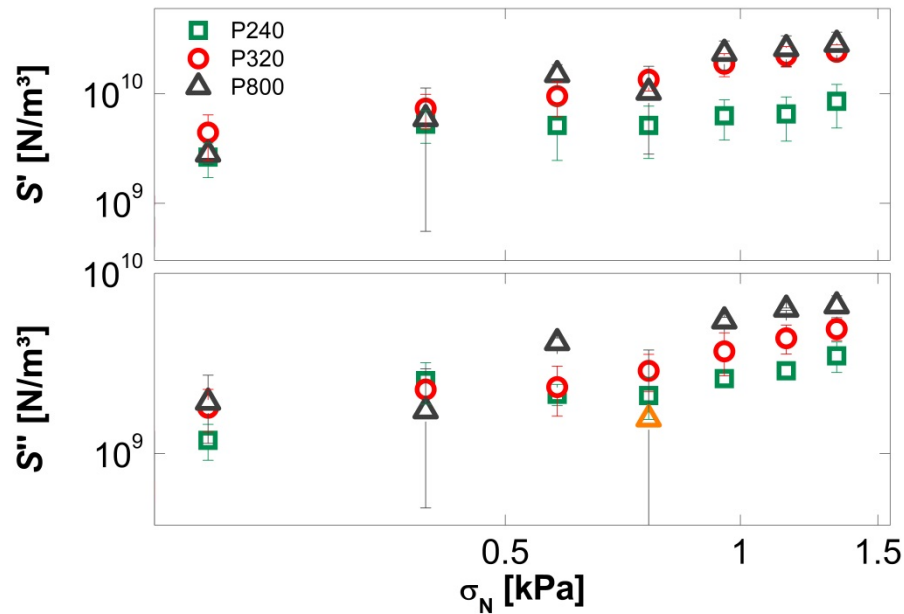


Abbildung 77 – Kontaktsteifigkeiten unter kleinen Drücken von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Der Verlauf der Kontaktsteifigkeiten weist unter kleinen Drücken einen linearen Verlauf auf. Dieser spricht für eine fraktale Oberfläche. Der Verlustwinkel zeigt für die PMMA-Plättchen, die mit den Körnungen P320 und P800 bearbeitet wurden, einen ähnlichen Abfall, wie bei den vorherigen Messungen (s. Abbildung 78). Die Werte für das PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P240 bearbeitet wurde, fallen dabei heraus, da sie einen konstanten Verlauf zeigen. Es fällt allerdings auch auf, dass die Messwerte mit einer großen Standardabweichung belegt sind.

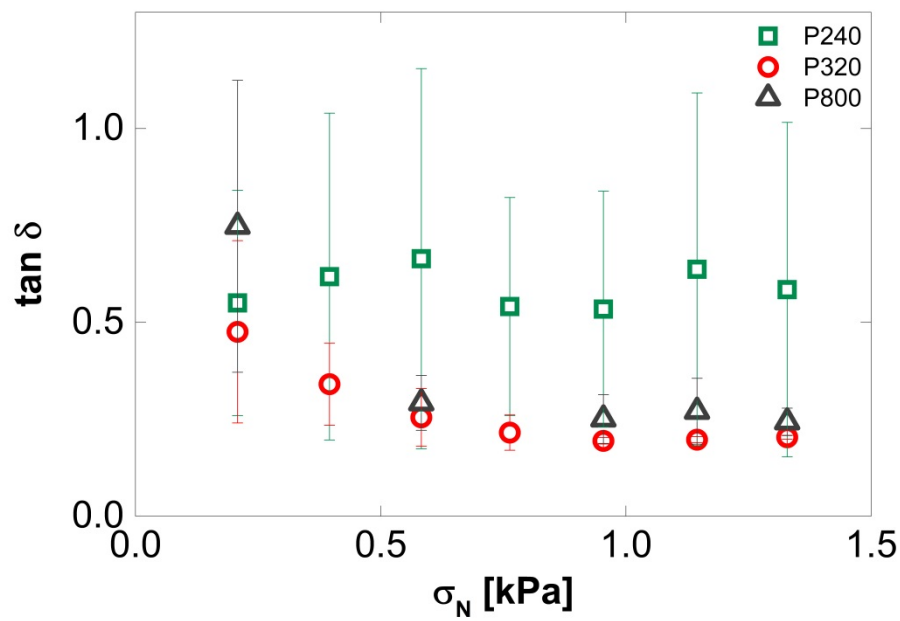


Abbildung 78 – Verlustwinkel unter kleinen Drücken von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

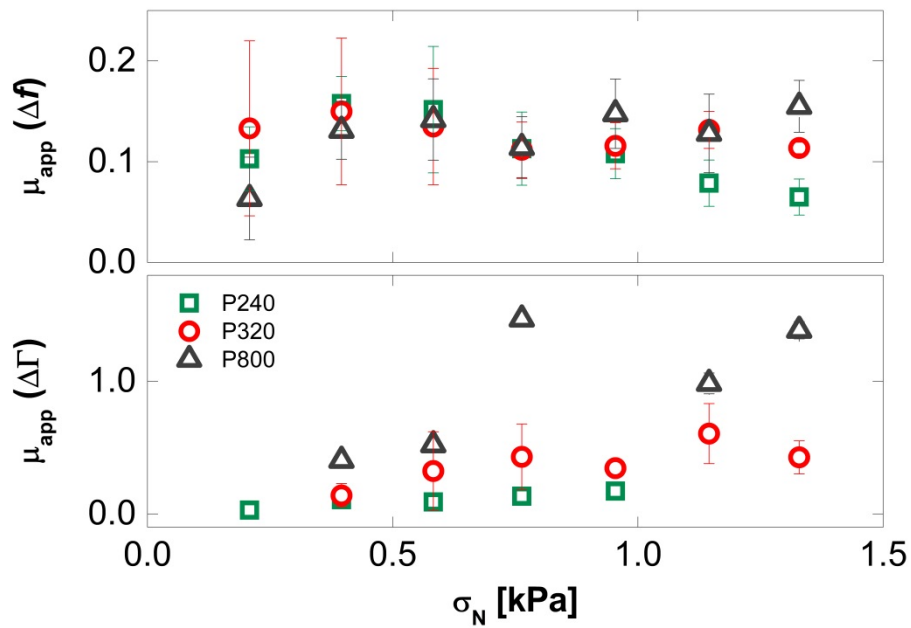


Abbildung 79 – Reibungskoeffizienten unter kleinen Drücken von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Der Reibungskoeffizient liegt bei niedrigen Drücken zwischen 0 und 0.2. Hier ist keine klare Tendenz zwischen den Oberflächen erkennbar – genauso wenig wie ein klarer Verlauf. Die Reibungskoeffizienten scheinen über den Bereich der kleinen Drücke um einen konstanten Wert zu schwanken (s. Abbildung 79).

9.3 Zusammenfassung zu rauen Oberflächen

Ein Hauptziel dieser Arbeit ist die kontaktmechanische Untersuchung von rauen Oberflächen. Durch die Veränderung des Versuchsaufbaus wurde dies ermöglicht. Zum Einen wurde das Messsignal verstärkt und zum Anderen bietet der Quarzhalter die Möglichkeit einen sehr hohen Druck auf den Quarz auszuüben.

Beim Vermessen der rauen Oberflächen stellte sich heraus, dass diese sich ähnlich zum Einzelkontakt verhalten. Je nach Scheramplitude und ausgeübtem Druck kann sowohl Partial Slip als auch Gros Slip beobachtet werden. Bei niedrigem Druck und hohen Scheramplituden kann ein Übergang von Partial Slip in den Gros Slip beobachtet werden. Unter sehr hohen Drücken schwindet der Gross Slip immer mehr bis nur noch Partial Slip beobachtet werden kann. Dieses Verhalten zeigte sich bei der Fundamentalen.

Werden die Werte der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen gegen den ausgeübten Druck aufgetragen, verlaufen die Graphen im unteren Bereich linear und gehen dann auf einen konstanten Wert. Dieses Verhalten kann bei allen drei unterschiedlich rauen Oberflächen beobachtet werden. Die Größenordnung der Frequenzverschiebung kann dabei bis zu 10 kHz betragen. Für die Halbwertsbreitenverschiebung ergeben sich Werte bis zu 2 kHz. Bei niedrigen Drücken wurde nur ein linearer Verlauf für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung beobachtet. Die Werte für die Frequenzverschiebung gehen von 0 bis 400 Hz. Bei der Halbwertsbreitenverschiebung geht die Spanne von 0 bis 80 Hz.

Die Untersuchung von fraktalen Oberflächen sollte bei der Kontaktsteifigkeit in einer doppeltlogarithmischen Auftragung einem linearen Verlauf folgen. Für die hier untersuchten Oberflächen zeigt sich in der doppeltlogarithmischen Auftragung der Kontaktsteifigkeit gegen die Kraft im unteren Kräftebereich ein lineares Verhalten, das zu höheren Kräften abknickt und in einen konstanten Bereich übergeht. Dieses Verhalten kann durch die Untersuchung der Oberflächen mit den jeweiligen Leistungsspektren erklärt werden. Die Oberflächen zeigen über einen bestimmten Skalenbereich fraktales Verhalten. Ab einem bestimmten Wellenlängenvektor befindet man sich außerhalb dieses fraktalen Bereichs, so dass die

Gesetzmäßigkeiten hierfür nicht mehr gelten. Daher folgt das Abknicken der Geraden im Diagramm. Dass die Kontaktsteifigkeit mit zunehmendem Druck ansteigt, entspricht der allgemeinen Vorstellung. Mit zunehmendem Druck werden die Oberflächen aneinandergedrückt und die Kontakte sind weniger flexibel. Für die Werte bei niedrigen Drücken wird eine Gerade erhalten. Werden die Werte für die Kontaktsteifigkeit bei hohen und niedrigen Drücken in einem Diagramm dargestellt, dann findet man den erwarteten linearen Zusammenhang aufgrund der Abhängigkeit der Oberflächenstruktur von Potenzgesetzen (s. Abbildung 80). Es hebt sich jedoch keine Oberfläche besonders ab. Die Werte für die drei unterschiedlich rauen Oberflächen (PMMA-Plättchen, bearbeitet mit P240, P320 und P800) sind sehr ähnlich zueinander.

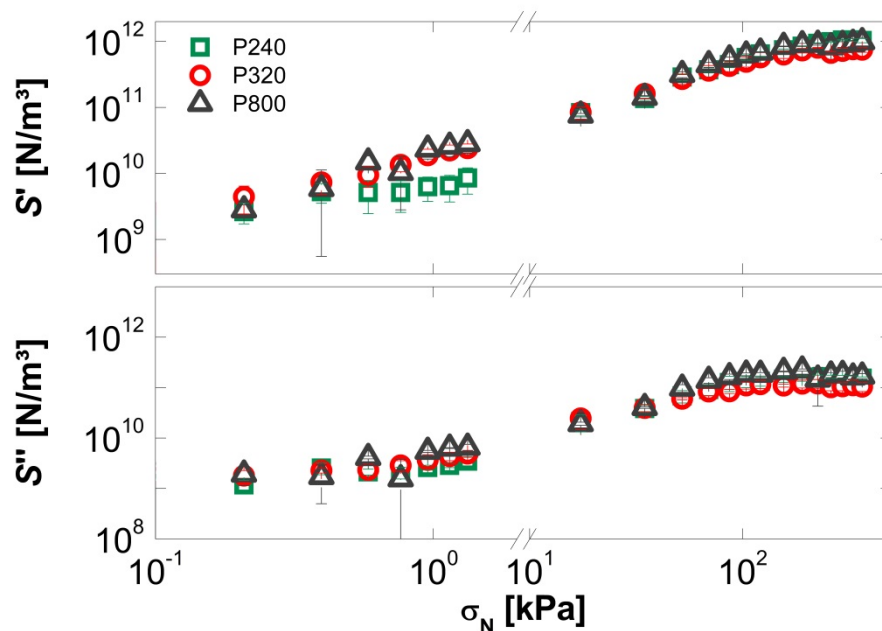


Abbildung 80 – Kontaktsteifigkeiten für hohe und niedrige Drücke von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Weiterhin wurde noch der Verlustwinkel sowohl für kleine als auch für große Drücke bei hohen Scherauslenkungen bestimmt. Dieser weist generell einen Abfall zu höheren Drücken auf bis sich ein konstanter Wert einstellt. Dadurch dass der Verlustwinkel abhängig vom ausgeübten Druck ist, spricht dieses für Grenzflächenprozesse.

Für den Reibungskoeffizienten ergibt sich auf der Fundamentalen ein linearer Verlauf für die Frequenzverschiebung unter hohen Drücken. Die Werte gehen von 0.05 bis 0.3. Hier kann eine leichte Tendenz beobachtet werden. Die Oberfläche, die mit einem Schleifpapier

mit einer Körnung von P800 bearbeitet worden ist, zeigt die höchsten Werte für den Reibungskoeffizienten. Der Reibungskoeffizient nimmt mit zunehmendem Druck zu. Dieses Verhalten entspricht dem klassischen Bild: Werden zwei Oberflächen aneinander gedrückt, dann erhöht sich die Reibungskraft bis das System ins Gleiten gerät. Der gesamte Verlauf über alle Drücke zeigt, dass bei kleinen Drücken der Reibungskoeffizient um einen Wert von 0.1 schwankt. Wird zu höheren Drücken übergegangen erfolgt ein linearer Verlauf von 0.1 bis etwa 0.3 für die berechneten Werte aus der Frequenzverschiebung (s. Abbildung 81).

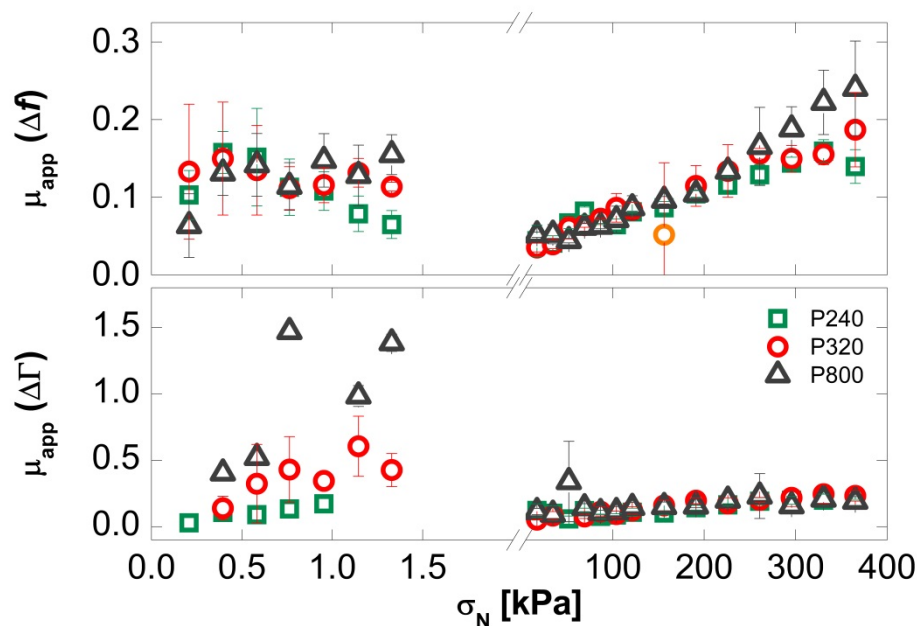


Abbildung 81 – Reibungskoeffizienten für hohe und niedrige Drücke von PMMA-Plättchen, die mit unterschiedlichen Körnungen bearbeitet wurden, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen (5 MHz). Zur Übersicht sind die verwendeten Körnungen als Legende angegeben

Der Reibungskoeffizient, der aus der Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wurde, zeigt höhere Werte für die unterschiedlichen Rauheiten auf als der aus der Frequenzverschiebung. Zu den unterschiedlichen Beschichtungen kann gesagt werden, dass die Goldbeschichtung die höchsten Werte für die Kontaktsteifigkeit und damit die niedrigsten Werte für den Reibungskoeffizienten aufweist. PMMA zeigt oft die höchsten Werte beim Reibungskoeffizienten. Das kann mit der Oberflächenbeschaffenheit der Schichten zu tun haben. Von der Härte des Materials stellt SiO_2 die härteste Beschichtung dar – danach kommt die PMMA-Beschichtung und Gold scheint das weichste Material zu sein.

10 Untersuchungen der Obertonabhängigkeit bei niedrigen Scheramplituden

Die Untersuchung der Kontaktsteifigkeit bei niedrigen Scheramplituden wurde mit einem veränderten Aufbau vorgenommen. Mit dem Netzwerkanalysator N2PK konnte die Obertonabhängigkeit gemessen werden, allerdings sind Amplitudensweeps mit diesem Netzwerkanalysator nicht möglich. Die Messungen wurden mit kleinen Gewichten durchgeführt, da eine zu hohe Last durch die geringeren Scheramplituden nicht messbar ist.

Für die Messungen auf unterschiedlichen Obertönen wurde der Netzwerkanalysator N2PK in einem Reflexionsschaltkreis verwendet. Unter kleinen Drücken werden die Untersuchungen mit dem Messaufbau 1 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) durchgeführt. Die raue Oberfläche wird nur von oben aufgelegt und der Quarz mittels O-Ringen in den Halter eingespannt. Neben den angerauten PMMA-Plättchen wurden hier auch Aluminiumplättchen vermessen. Die Messungen wurden zusätzlich auf unterschiedlich beschichteten Quarzen durchgeführt. Zur Vervollständigung wurde der Einzelkontakt mit untersucht.

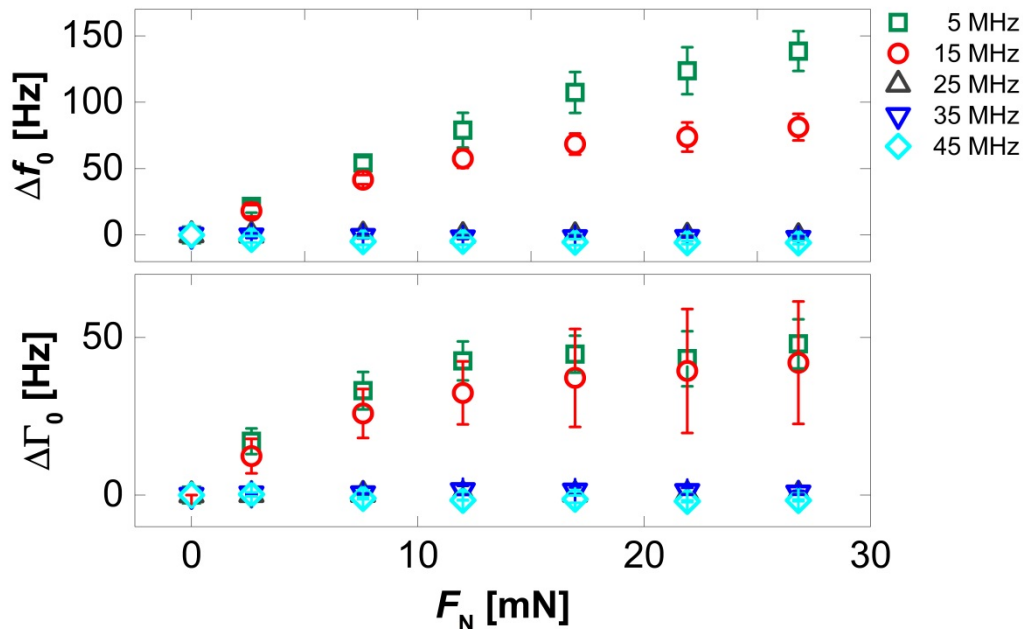


Abbildung 82 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen beim Einzelkontakt auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen und unterschiedlichen Obertönen

Die Einzelkontaktmessungen wurden auf einem goldbeschichteten Quarz und einem PMMA-beschichteten Quarz durchgeführt. Die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen des goldbeschichteten Quarzes zeigen, dass ab einer Obertonordnung von 5 bei einer Frequenz von 25 MHz keine messbare Verschiebung der Resonanzfrequenz mehr auftritt (s. Abbildung 82). Die Werte der Frequenzverschiebung liegen auf der Fundamentalen bei bis zu 150 Hz. Beim ersten Oberton ist dies bereits deutlich reduziert: Hier werden knapp unter 100 Hz erreicht. Der Verlauf der Frequenzverschiebung scheint mit zunehmenden Kräften ein lineares Verhalten zu zeigen. Die Halbwertsbreitenverschiebung zeigt bis zu einer Kraft von 12 mN einen linearen Abhängigkeit und erreicht dann ein Plateau bei 50 Hz.

Bei dem PMMA-beschichteten Quarz sehen die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen für den Einzelkontakt ähnlich zu denen des goldbeschichteten Quarzes aus (s. Abbildung 83). Hier finden allerdings auch noch bei 25 MHz Veränderungen zur Referenzfrequenz statt. Die Werte für die Frequenzverschiebung sind auch mit einer maximalen Verschiebung von 200 Hz auf der Fundamentalen deutlich höher als auf dem goldbeschichteten Quarz. Mit steigender Obertonordnung nehmen die Verschiebungen ab. Die Werte der Frequenzverschiebung nehmen zu höheren Kräften zu – allerdings nicht direkt linear. Nach 7 mN scheint ein Plateau erreicht. Die Halbwertsbreitenverschiebung schwankt um einen Wert von 20 Hz über den kompletten Lastbereich.

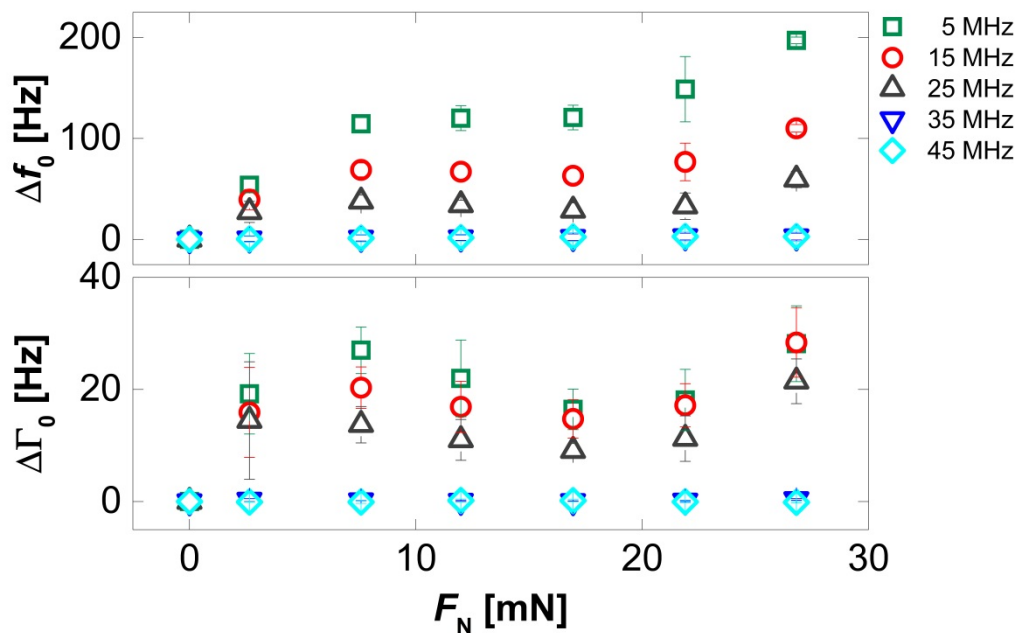


Abbildung 83 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen beim Einzelkontakt auf einem PMMA-beschichteten Quarz auf der Fundamentalen und unterschiedlichen Obertönen

Die Kontaktsteifigkeit nimmt mit steigender Last zu (s. Abbildung 84). Hier können keine großen Unterschiede zwischen dem gold- und PMMA-beschichteten Quarz festgestellt werden. Die Messergebnisse bei beiden liegen in einem ähnlichen Größenordnungsbereich.

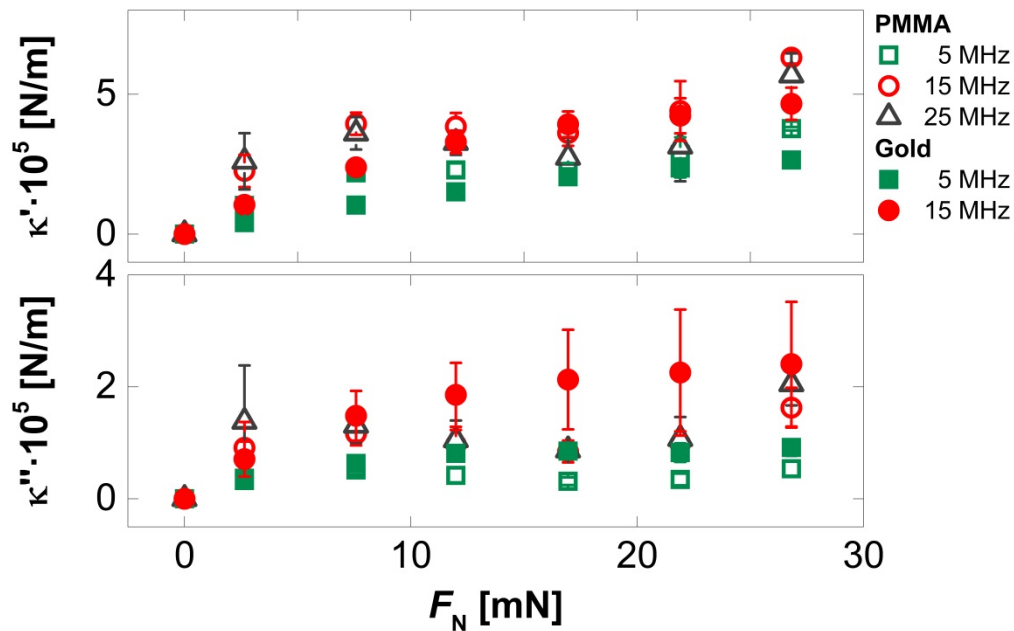


Abbildung 84 – Kontaktsteifigkeit beim Einzelkontakt beim gold- und PMMA-beschichteten Quarz auf der Fundamentalen und dem ersten Obertönen

Für die Vergleichbarkeit mit den Messungen bei hohen Scheramplituden werden zuerst die rauen Oberflächen auf einem goldbeschichteten Quarz gezeigt. Als Beispiel wird die Messreihe mit einem PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P240 bearbeitet wurde, genommen (s. Abbildung 85). Für die Fundamentale und die unterschiedlichen Obertöne zeigen sich unterschiedlich starke Verschiebungen der Frequenz. Die Halbwertsbreitenverschiebungen weisen alle nahezu den gleichen Wert für die unterschiedlichen Drücke auf. Generell zeichnet sich ein linearer Zusammenhang zwischen Frequenzverschiebung und dem ausgeübtem Druck ab. Zu höheren Obertönen findet immer weniger Verschiebung statt. Für den Oberton bei 45 MHz bleiben die Werte fast konstant. Die Werte für die Halbwertsbreitenverschiebung steigen ebenfalls linear an.

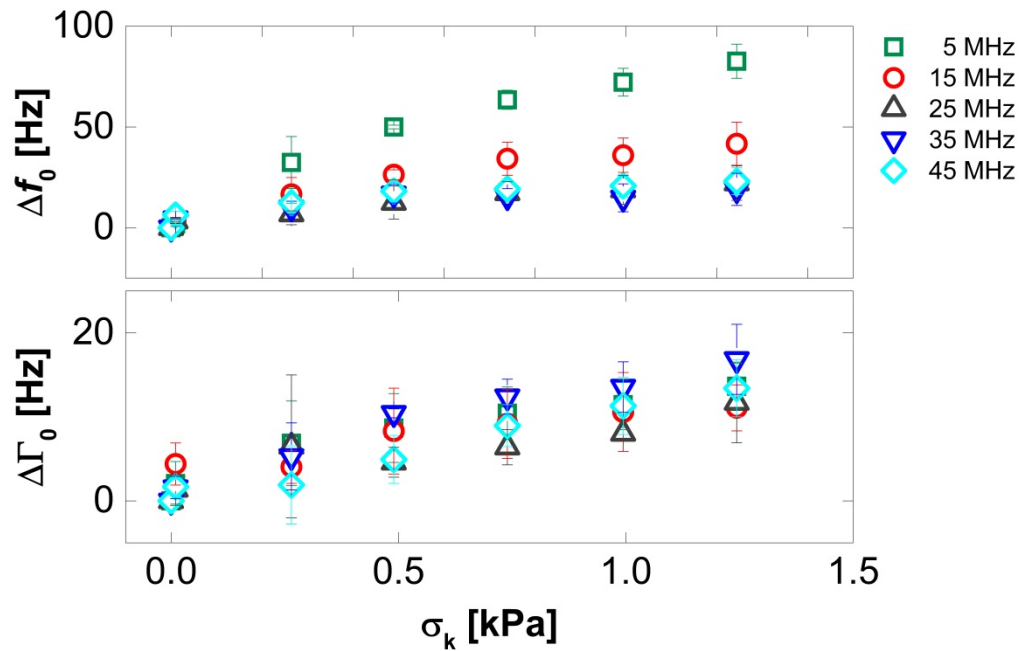


Abbildung 85 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung von einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen und bei unterschiedlichen Obertönen

Wird die Kontaktsteifigkeit gegen den ausgeübten Druck aufgetragen, verläuft diese in einer doppeltlogarithmischen Auftragung linear (s. Abbildung 86). Für die Werte, die aus der Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wurden, sind teilweise die negativen Fehlerbalken im Diagramm nicht eingezeichnet, um den Verlauf insgesamt besser darzustellen. Es zeigt sich, dass die Fundamentale den geringsten Wert für die Kontaktsteifigkeiten aufweist und der höchste Oberton den größten Wert.

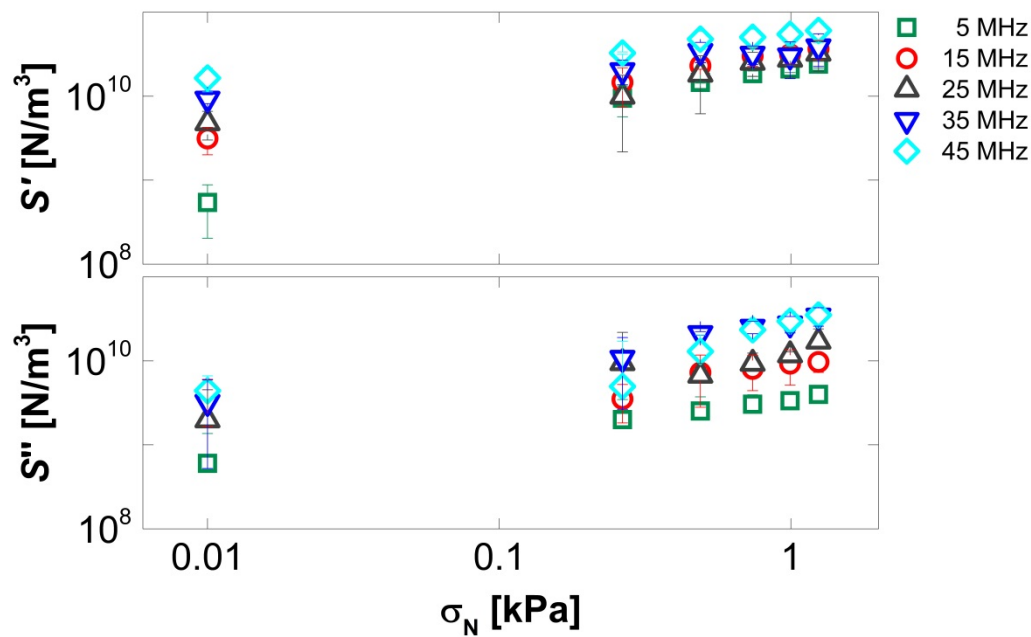


Abbildung 86 – Kontaktsteifigkeiten von einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamental und bei unterschiedlichen Obertönen

Bei den andern beiden rauen Oberflächen (PMMA-Plättchen, die mit den Körnung P320 und P800 bearbeitet wurden) zeigt sich für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung ein ähnliches Verhalten. Die Frequenzverschiebung erreicht jedoch beim PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P320 bearbeitet wurde, nur einen Wert von 40 Hz bei einem Druck von ungefähr 1.2 kPa. Beim PMMA-Plättchen, das mit einer P800 Körnung bearbeitet wurde, liegen die Werte in einem ähnlichen Bereich wie bei den Plättchen mit den Körnungen P240 und P320.

Wird statt der Goldbeschichtung ein Film aus PMMA auf den Quarz aufgebracht und werden anschließend die Messungen zur Kontaktsteifigkeit wiederholt, zeigen diese ein ganz ähnliches Verhalten bei der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung (s. Abbildung 87). Im Unterschied zur Goldbeschichtung findet keine Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung ab einer Obertonordnung von 7 bei 35 MHz mehr statt. Die Werte für die Frequenzverschiebungen sind ein bisschen kleiner als beim goldbeschichteten Quarz. Sie liegen hier unter 80 Hz. Für die beiden anderen rauen Oberflächen liegen die Frequenzverschiebungen in einem ähnlichen Größenordnungsbereich.

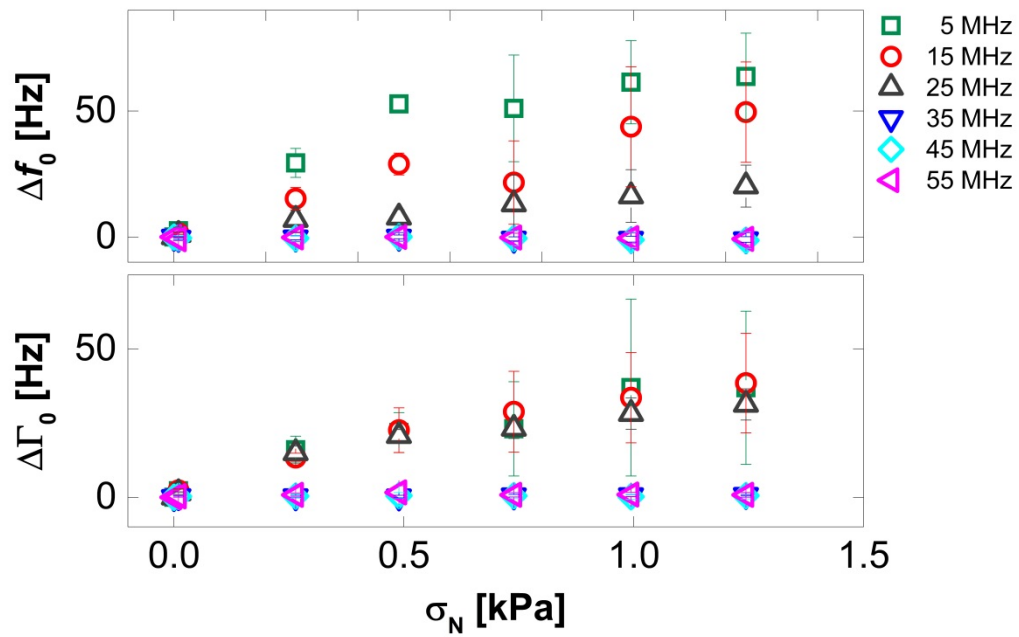


Abbildung 87 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen von einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem PMMA-beschichteten Quarz auf der Fundamentalen und bei unterschiedlichen Obertönen

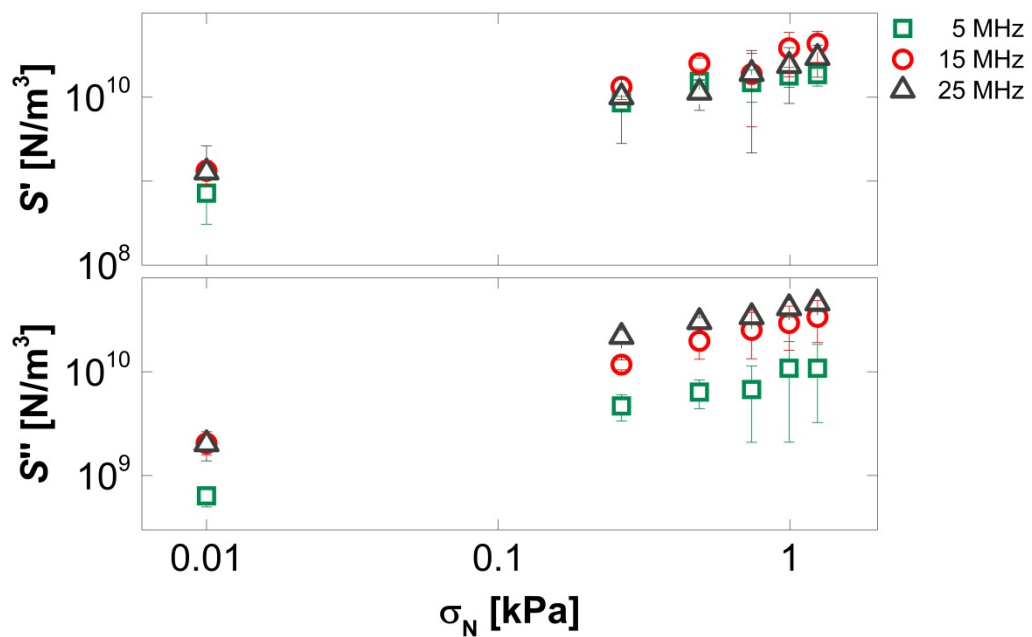


Abbildung 88 – Kontaktsteifigkeiten von einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem PMMA-beschichteten Quarz auf der Fundamentalen und bei unterschiedlichen Obertönen

Für die Kontaktsteifigkeit werden nur die ersten drei Obertöne aufgetragen, da bei den höheren Obertonordnungen keine Frequenzverschiebung mehr gemessen werden konnte (s. Abbildung 88). Die Kontaktsteifigkeiten für die unterschiedlichen Obertöne haben bei der PMMA-Beschichtung für die unterschiedlichen Drücke alle den gleichen Wert. Bei der Kontaktsteifigkeit, die aus der Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wurde, zeigt sich die Tendenz, dass zu höheren Obertönen die Kontaktsteifigkeit zunimmt.

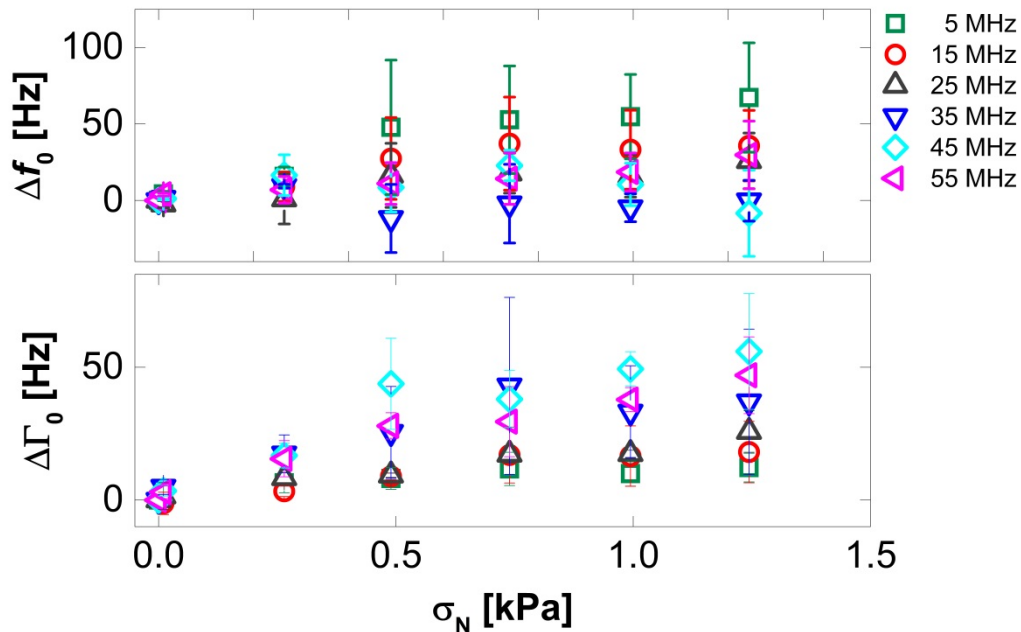


Abbildung 89 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen von einem Aluminium Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamentalen und bei unterschiedlichen Obertönen

Neben den PMMA-Plättchen wurden auch angeraute Aluminiumplättchen vermessen. Für diese wurden über die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen (s. Abbildung 89) die Kontaktsteifigkeiten berechnet. Als Beispiel und zum Vergleich mit den vorherigen Ergebnissen werden die Untersuchungen zum Aluminium-Plättchen, das mit Schleifpapier der Körnung P240 bearbeitet wurde, vorgestellt. Die Messungen wurden auf einem goldbeschichteten Quarz durchgeführt. Auch hier zeigt sich wieder dasselbe Bild: Die Obertöne bis 25 MHz zeigen eine Frequenzverschiebung. Die anderen bleiben nahezu konstant. Die Frequenzverschiebung ist allerdings kleiner als die bei den PMMA-Plättchen. Für die Kontaktsteifigkeit werden daher nur die ersten drei Obertöne herangezogen. Es zeigt sich wieder ein linearer Zusammenhang und für die Kontaktsteifigkeit, die aus der Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wurde, zeigt sich eine Obertonabhängigkeit (s. Abbildung 90).

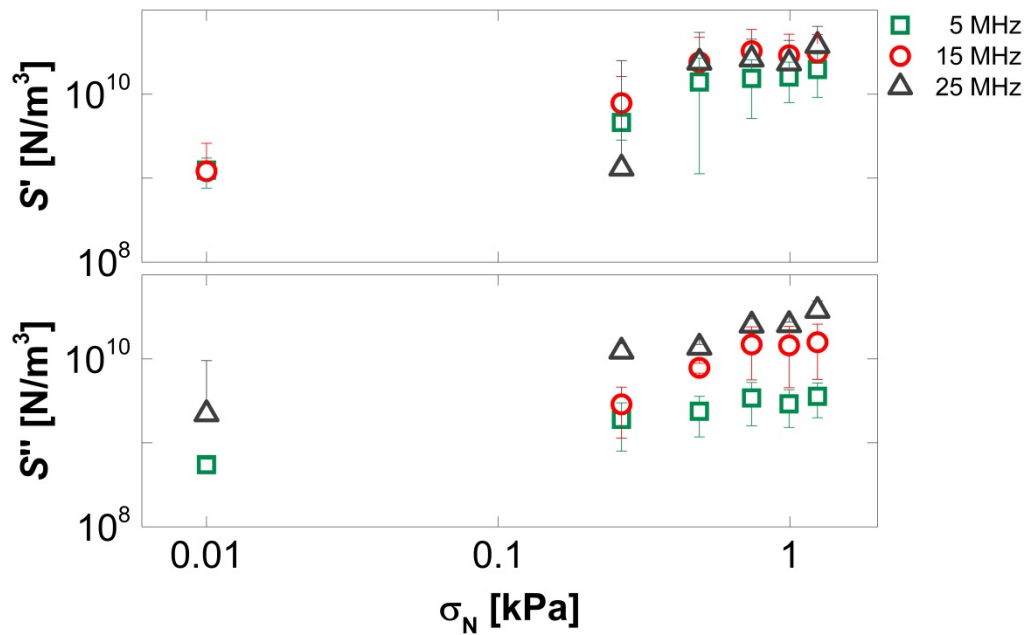


Abbildung 90 – Kontaktsteifigkeiten von einem Aluminium Plättchen, das mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurde, auf einem goldbeschichteten Quarz auf der Fundamental und bei unterschiedlichen Obertönen

10.1 Zusammenfassung der Obertonabhängigkeit

Bei der Untersuchung von Einzelkontakten und rauen Oberflächen bei kleinen Scheramplituden hat sich gezeigt, dass die Ergebnisse mit denen unter hohen Scheramplituden übereinstimmen. Die Kontaktsteifigkeiten für den Einzelkontakt und den rauen Oberflächen liegen im gleichen Größenordnungsbereich.

Beim Einzelkontakt zeichnet sich ein linearer Verlauf für die Frequenzverschiebung eines goldbeschichteten Quarzes zu höheren Drücken hin ab. Die Frequenzverschiebung verhält sich gemäß dem DYBWAD-Verhalten, dass die Frequenzverschiebung reziprok mit der Obertonordnung abnimmt. Beim PMMA-beschichteten Quarz zeigt sich ein kurzer linearer Anstieg, der dann in ein Plateau übergeht. Für die Frequenzverschiebung werden höhere Werte bei der PMMA-Beschichtung gemessen als bei der Goldbeschichtung. Die Kontaktsteifigkeit nimmt mit steigender Obertonordnung zu, die Frequenzverschiebung hingegen nimmt mit steigender Obertonordnung ab. Für sehr hohe Obertonordnungen kann keine Frequenzverschiebung mit zunehmendem Druck gemessen werden. Die auftretenden Biegeschwingungen zusätzlich zur steigenden Dämpfung des Quarzes spielen eine Rolle und erschweren deutlich das Messen.

Die Ergebnisse der rauen Oberflächen verhalten sich ähnlich, wie die der Einzelkontakte. Die Frequenzverschiebung nimmt bei beiden Beschichtungen linear zu höheren Drücken zu. Hinzu kommt die Abnahme der Frequenzverschiebung mit steigender Obertonordnung. Dementsprechend steigt die Kontaktsteifigkeit mit der Obertonordnung an. Der Vergleich zwischen den rauen Oberflächen aus Aluminium und PMMA ergibt, dass mit Aluminium deutlich kleinere Verschiebungen beobachtet werden. Diese können auf eine geringere Plastizität von Aluminium gegenüber PMMA zugeordnet werden. Die Kontaktsteifigkeiten liegen aber bei beiden in der Größenordnung von 10^9 N/m^3 .

11 Junction Growth

In diesem Abschnitt geht es um das hysteretische Verhalten mit der Vergrößerung des Kontaktgebiets bei den tribologischen Untersuchungen („Junction Growth“). Die rauen Oberflächen werden durch einen äußeren Druck auf die Quarzoberfläche gedrückt. Es bildet sich eine Kontaktfläche zwischen beiden aus. Die Kontaktfläche wird wahrscheinlich durch die braunen Punkte (im Höhenprofil, s. Abbildung 27, S. 37) und die Quarzoberfläche gebildet. Wird der Druck erhöht, vergrößert sich die reale Kontaktfläche, d.h. auch tiefer liegende Erhebungen bilden einen Kontakt mit der Quarzoberfläche aus. Allerdings führt die Ausübung des Drucks nicht alleine zu einer Vergrößerung der Kontaktfläche, sondern auch die tangential Bewegung des Quarzes. Durch das Hin- und Herbewegen kommt es zu einer Vergrößerung des Kontaktgebiets. Zusätzlich kann es dazu kommen, dass zuvor ausgebildete Kontakte gebrochen werden, während sich andere neu bilden. Dies führt zu einem hysteretischen Verhalten. Bei den folgenden Betrachtungen werden nur die Messungen, die unter hohen Scheramplituden durchgeführt worden sind, einbezogen.

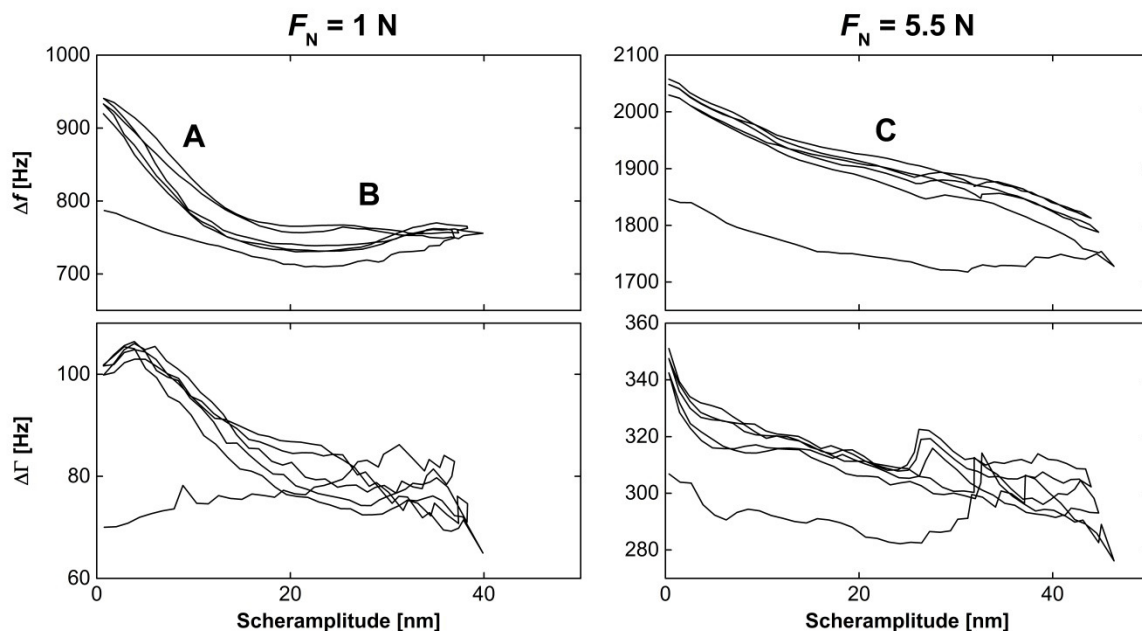


Abbildung 91 – Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen bei einem SiO₂-beschichteten Quarz mit drei Kugeln auf der Fundamentalen (5 MHz) beim Durchlauf der unterschiedlichen Scheramplituden

Für einen Einzelkontakt kann dieses hysteretische Verhalten auch beobachtet werden. In Abbildung 91 sind die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen beim Durchlauf der

unterschiedlichen Scheramplituden gezeigt. Für die Frequenzverschiebung kann bei einer Kraft von 1 N im Bereich von kleinen Amplituden Partial Slip beobachtet werden (Bereich A). Beim Übergang zu höheren Amplituden geht dieser in Gross Slip über (Bereich B). Hierbei kann beobachtet werden, dass der Hinweg eine kleinere Frequenzverschiebung aufweist als der Rückweg. Im zweiten Fall wird eine Kraft von 5.5 N ausgeübt. Bei der Messung ist nun der Gross Slip-Bereich völlig weggefallen und es findet nur noch Partial Slip statt (Bereich C). Das hysteretische Verhalten spiegelt sich auch hier wieder.

Beim dritten Oberton (15 MHz) ist dieses Verhalten noch stärker ausgeprägt (s. Abbildung 92). Es zeigt sich jedoch hier ein leicht anderer Verlauf. Wird die Frequenzverschiebung bei 1 N betrachtet, findet man im Bereich A ebenfalls Partial Slip. Beim Rücklauf (Bereich B) ist die Frequenzverschiebung im Vergleich zur Fundamentalen deutlich erhöht.

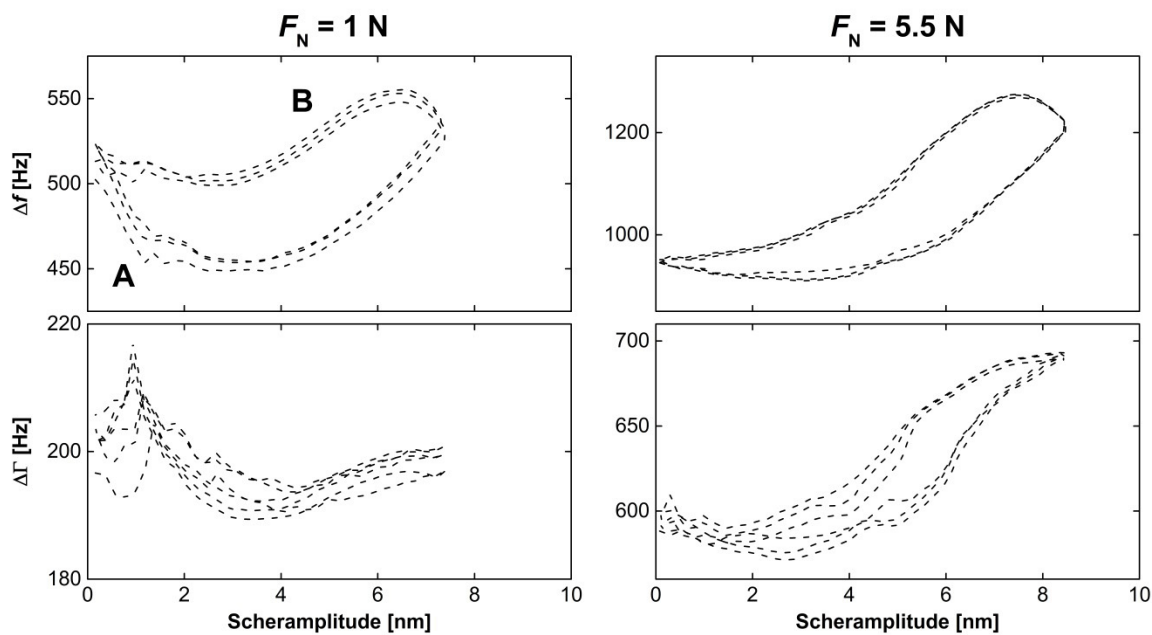


Abbildung 92 – Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung bei einem SiO_2 -beschichteten Quarz mit drei Kugeln beim dritten Oberton (15 MHz) beim Durchlauf der unterschiedlichen Scheramplituden

Dieses Verhalten kann noch zusätzlich durch die Betrachtung des MINDLIN-Radius belegt werden. Der MINDLIN-Radius bei Δf_0 für einen Druck von 1 N beträgt 24.6 nm. Wird der Rückweg betrachtet, dann beträgt der Kontaktradius 25.5 nm. Die Kontaktradien bei einem Anpressdruck von 5.5 N weisen noch eine größere Differenz auf. Hier liegt der Kontaktradius von Δf_0 bei 45.1 nm, hingegen er auf dem Rückweg 57.9 nm beträgt. Für

kleine Kräfte konnte das hysteretische Verhalten nur in Einzelfällen beobachtet werden. Unter hohen Scheramplituden und Kräften tritt es konsequent auf.

Bei den rauen Oberflächen kommt noch verstärkend hinzu, dass mehrere kleine Kontaktstellen ausgebildet werden, die während einer Scherbewegung gebrochen und neu geknüpft werden können. Im Unterschied zum Einzelkontakt findet hier schon bei einem Druck von 35 kPa nur noch Partial Slip statt (s. Abbildung 93). Hierfür wurde als Beispiel eine raue PMMA-Oberfläche, die mit Schleifpapier der Körnung P320 bearbeitet wurde, auf einem SiO₂-beschichteten Quarz herangezogen.

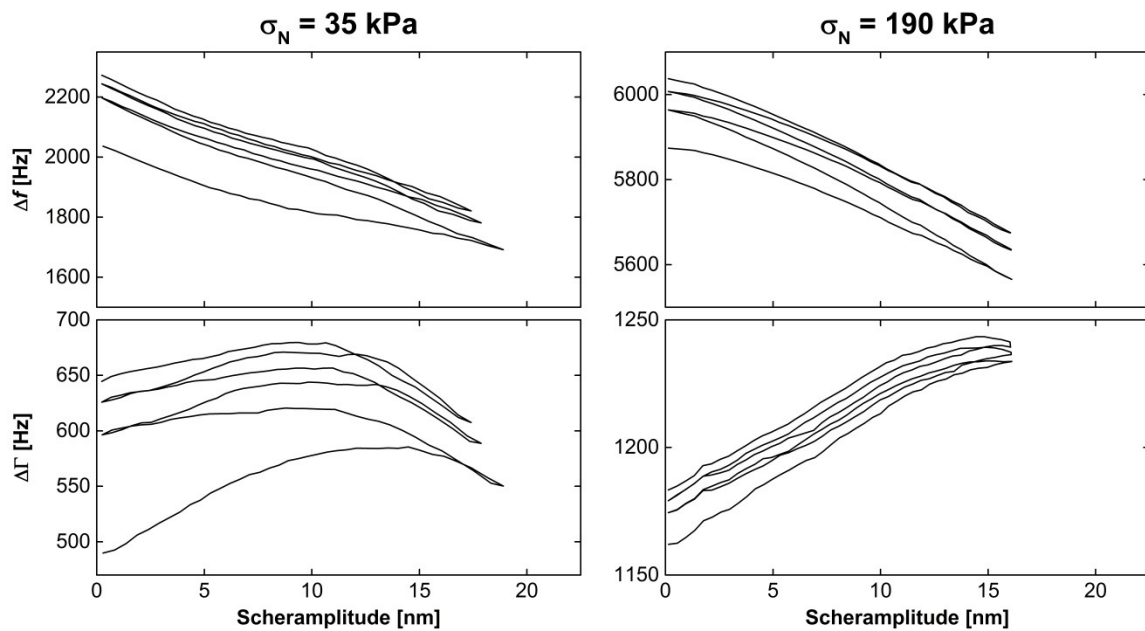


Abbildung 93 - Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung eines SiO₂-beschichteten Quarzes mit einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung P320 bearbeitet wurde, auf der Fundamentalen bei 5 MHz

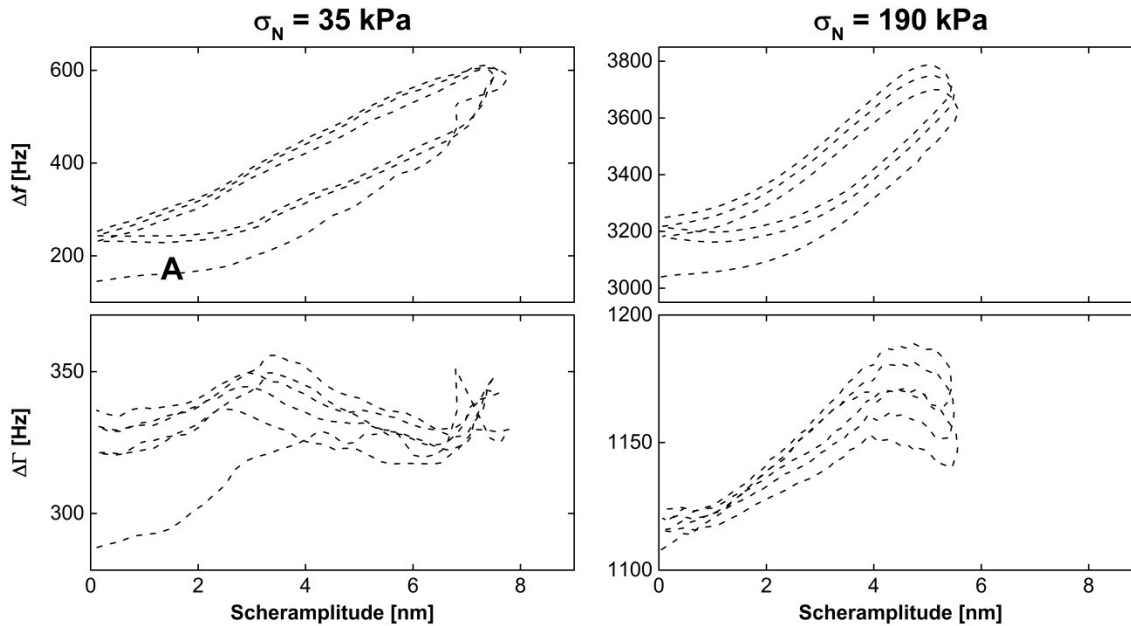


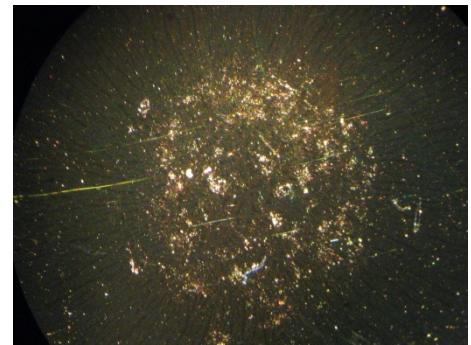
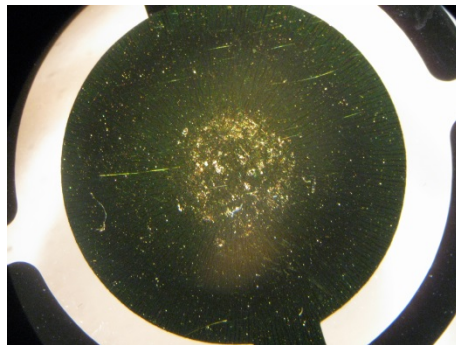
Abbildung 94 - Verlauf von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung eines SiO_2 -beschichteten Quarzes mit einem PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung P320 bearbeitet wurde, auf dem dritten Oberton bei 15 MHz

Wird der erste Oberton betrachtet, tritt ein stärkeres hysteretisches Verhalten als auf der Fundamental auf. Bei einem Druck von 35 kPa findet im Bereich A Partial Slip statt (s. Abbildung 94). Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass unter hohen Scheramplituden und zusätzlich durch hohe ausgeübte Kräfte verstärkt Junction Growth sowohl beim Einzelkontakt als auch bei rauen Oberflächen auftritt. Zum Vergleich kann das Verhalten bei kleinen Drücken und niedrigeren Scheramplituden herangezogen werden (s. Abbildung 42). Hier liegen der Hin- und Rückweg sehr nahe beieinander. Es tritt nur vereinzelt hysteretisches Verhalten auf. Dieses Verhalten kann durch die Biegeschwingungen des Quarzes verursacht werden, die beim dritten Oberton ausgeprägter sind.

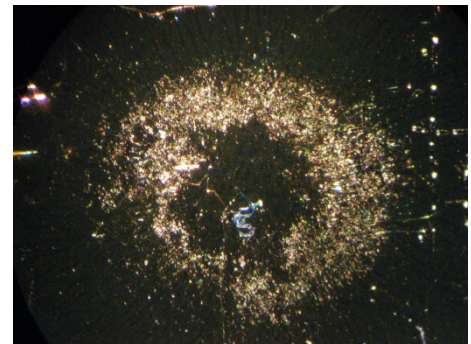
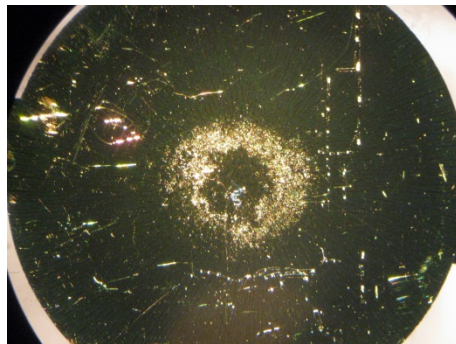
12 Fretting Wear

In diesem Abschnitt soll der auftretende Reibungsverschleiß bei einer tangentialen Bewegung („Fretting Wear“), der bei den tribologischen Messungen auftritt, näher diskutiert werden. Der Reibverschleiß kann makroskopisch beobachtet werden. Für PMMA-beschichtete Quarze kann nach den tribologischen Messungen auf der Fundamentalen im Randbereich des Kontaktes mit dem PMMA-Plättchen der Reibungsverschleiß gefunden werden (s. Abbildung 95). Durch das Partial Slip-Verhalten hat sich dieser schon in den Messdaten wiedergespiegelt (s. Abbildung 93).

P240



P320



P800

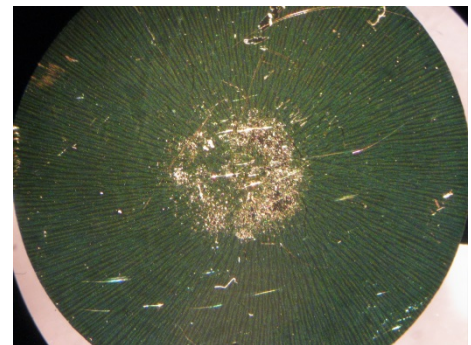
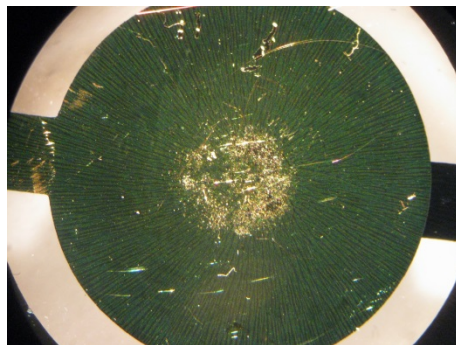
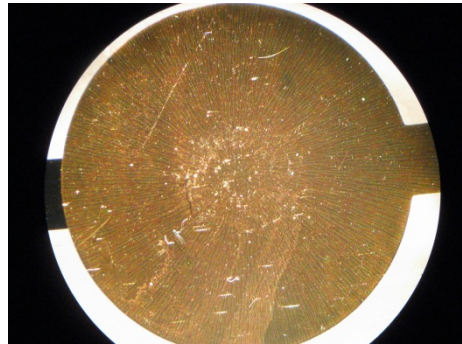
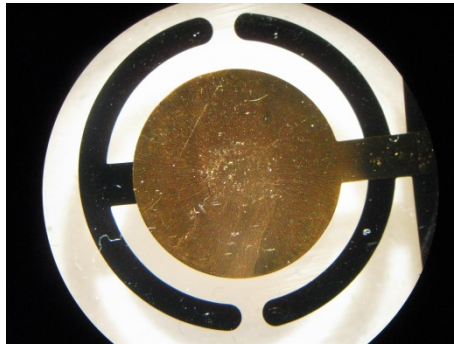
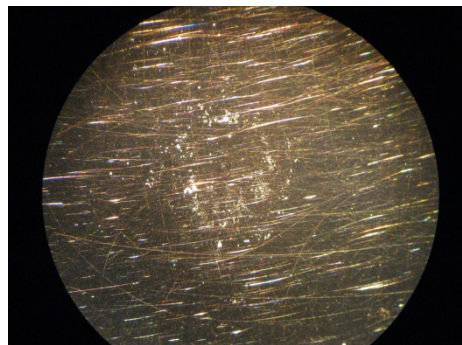
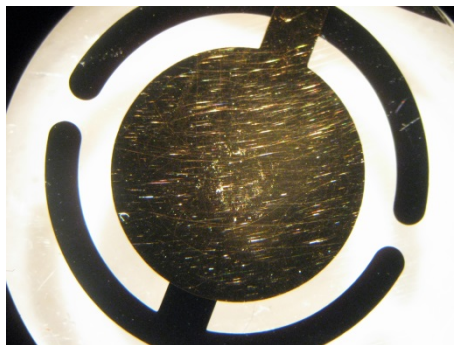


Abbildung 95 - Mikroskopische Aufnahmen des Verschleißes durch unterschiedliche angerauten PMMA-Plättchen auf PMMA-beschichteten Quarzen bei 5 MHz (links: gesamte Quarzoberfläche; rechts: Ausschnitt des Verschleißbereiches)

P240



P320



P800

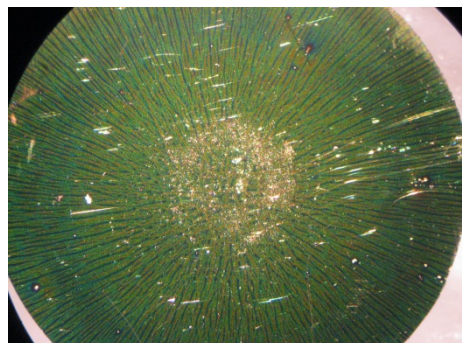
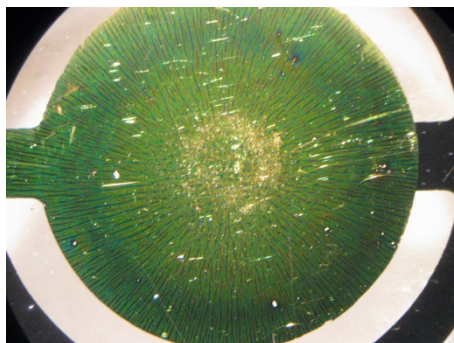


Abbildung 96 - Mikroskopische Aufnahmen des Verschleißes durch unterschiedliche angeraute PMMA-Plättchen auf PMMA-beschichteten Quarzen bei 15 MHz (links: gesamte Quarzoberfläche; rechts: Ausschnitt des Verschleißbereiches)

Generell kann beobachtet werden, dass die PMMA-Plättchen, die mit einer Körnung von P240 bearbeitet wurden, am wenigsten Verschleiß aufweisen und die PMMA-Plättchen, die mit einem Schleifpapier der Körnung P800 bearbeitet wurden, am meisten Abrieb verursachen. Im Vergleich zur Fundamentalen kann für den dritten Oberton festgestellt werden, dass deutlich weniger Verschleiß zu beobachten ist (s. Abbildung 96). Dies wird durch die oben besprochenen Messergebnisse bestätigt.

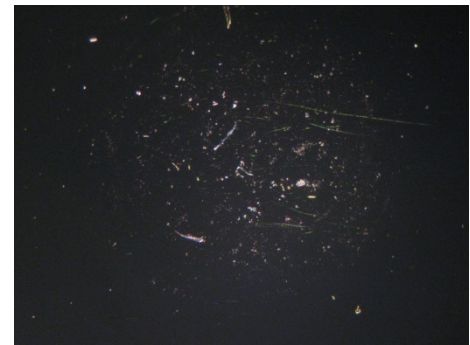
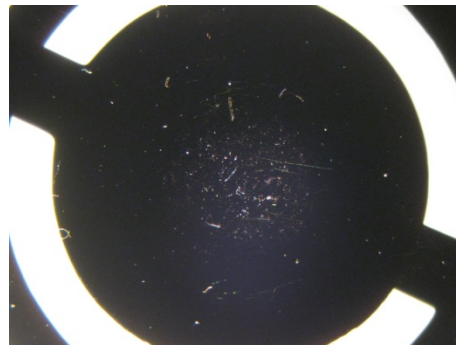
Die Rauheit des Randbereichs wurden mit Hilfe des AFM bestimmt (s. Abschnitt 6.3, S. 50). Die Werte bestätigen die makroskopischen Aufnahmen sehr gut. Werden die Werte für die Rauheit mit einbezogen, dann scheint es, dass das PMMA-Plättchen, das mit einer

Körnung von P800 bearbeitet wurde, die feinsten Strukturen verursacht. Die größte Rauheit entsteht durch das PMMA-Plättchen, das mit einer Körnung von P320 bearbeitet wurde.

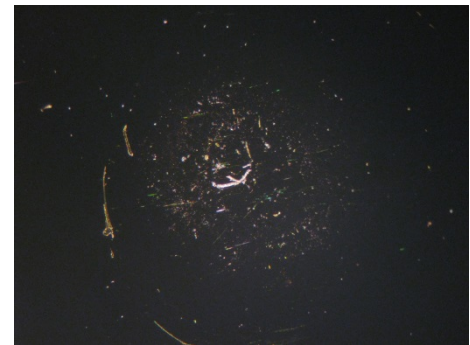
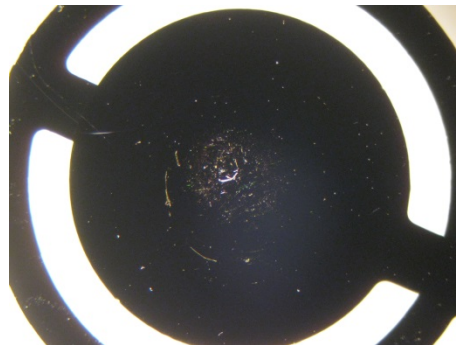
Tabelle 9 – Rauheitswerte für den Partial Slip-Bereich der PMMA-beschichteten Quarze durch unterschiedlich angeraute PMMA-Plättchen auf der Fundamentalen und beim ersten Oberton

	R_{RMS} (5 MHz)	R_{RMS} (15 MHz)
P240	179 nm	157 nm
P320	215 nm	158 nm
P800	88 nm	118 nm

P240



P320



P800

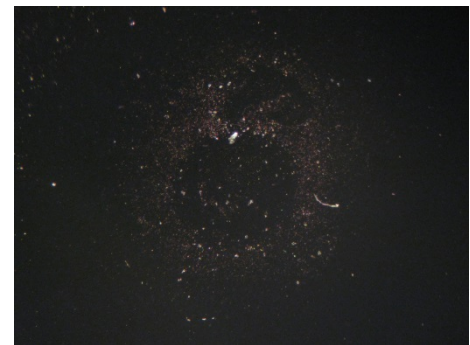
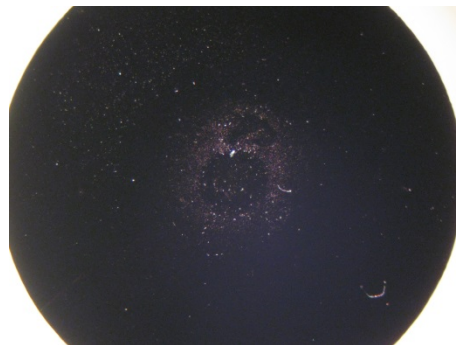


Abbildung 97 – Mikroskopische Aufnahmen des Verschleißes durch unterschiedliche angeraute PMMA-Plättchen auf SiO₂-beschichteten Quarzen gemessen auf der Fundamentalen und dem dritten Oberton (links: gesamte Quarzoberfläche; rechts: Ausschnitt des Verschleißbereiches)

Der Vergleich zwischen der PMMA- und der SiO₂-Beschichtung ergibt, dass auf der SiO₂-Beschichtung kaum Verschleiß aufgetreten ist (s. Abbildung 97). Für die Rauheit wurden folgenden Werte bestimmt:

Tabelle 10 – Rauheitswerte für den Partial Slip-Bereich der SiO₂-beschichteten Quarze durch unterschiedlich angeraute PMMA-Plättchen auf der Fundamentalen und beim ersten Oberton

	Partial Slip Bereich	
	vor der Messung R_{RMS}	nach der Messung R_{RMS}
P240	1.7 nm	425.7 nm
P320	2.1 nm	120.6 nm
P800	1.7 nm	350.3 nm

Anhand von Tabelle 10 wird deutlich, wie sehr die Verschleißreibung gewirkt hat. Der Quarz vor den Messungen war nahezu glatt mit einem R_{RMS} -Wert von ca. 2 nm. Nach den Untersuchungen ist dieser deutlich angestiegen. Zur Bestimmung der Werte ist jedoch anzumerken, dass mit dem AFM nur eine sehr kleine Fläche untersucht werden kann. Es wurde nur an einer Stelle auf der Probe gemessen und nicht über unterschiedliche gemittelt. Daher kann es zu Abweichungen kommen bzw. zu Werten führen, die unter der optischen Betrachtung vielleicht widersprüchlich sind. Generell kann gesagt werden, dass der Reibverschleiß auf der Fundamentalen deutlich höher ist als auf dem dritten Oberton.

Der Reibungsverschleiß ist nicht nur bei rauen Oberflächen zu beobachten, sondern tritt auch beim Einzelkontakt unter hohen Kräften und bei großen Amplituden auf. Die makroskopischen Aufnahmen geben sehr schön das Bild des Einzelkontakts wieder (s. Abbildung 98). An wenigen Stellen im Randbereich wird punktuell der Verschleiß beobachtet.

3 Kugeln

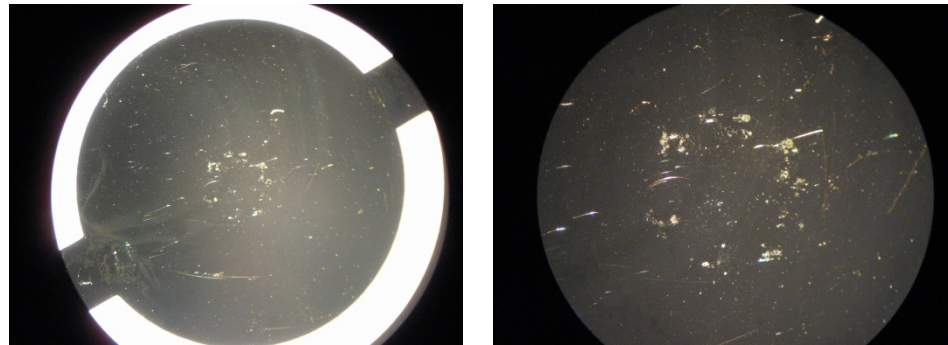


Abbildung 98 – Mikroskopische Aufnahmen des Verschleißes beim Einzelkontakt unter hohen Kräften und bei hohen Scheramplituden bei einem SiO₂-beschichteten Quarz

BERTHOUD und BAUMBERGER setzten bei ihren Untersuchungen an rauen Oberflächen einen Parameter festgesetzt, der ein Maß für die Oberflächenbeschaffenheit darstellen soll. Die elastische Länge λ wird über die Kontaktsteifigkeit definiert.

$$\kappa(W) = \frac{W}{\lambda} \quad (44)$$

Die Kontaktsteifigkeit ist dabei abhängig vom Normalkraft W . Nach BERTHOUD und BAUMBERGER kann die elastische Länge auch über das Verhältnis des Schermoduls zur Härte gebildet werden. Unter der Annahme das bei PMMA ein Schermodul von 1 GPa vorliegt und die Härte bei 0.4 GPa liegt, ergibt sich als Quotient für die elastische Länge $0.4 \mu\text{m}$.^[63]

Für die unterschiedlichen rauen Oberflächen auf den verschiedenen Substraten ergibt sich für die elastische Länge der in Abbildung 99 gezeigte Verlauf. Von der Größenordnung bewegt sich die elastische Länge bei den rauen Oberflächen im gleichen Größenordnungsbereich wie die theoretisch berechnete.

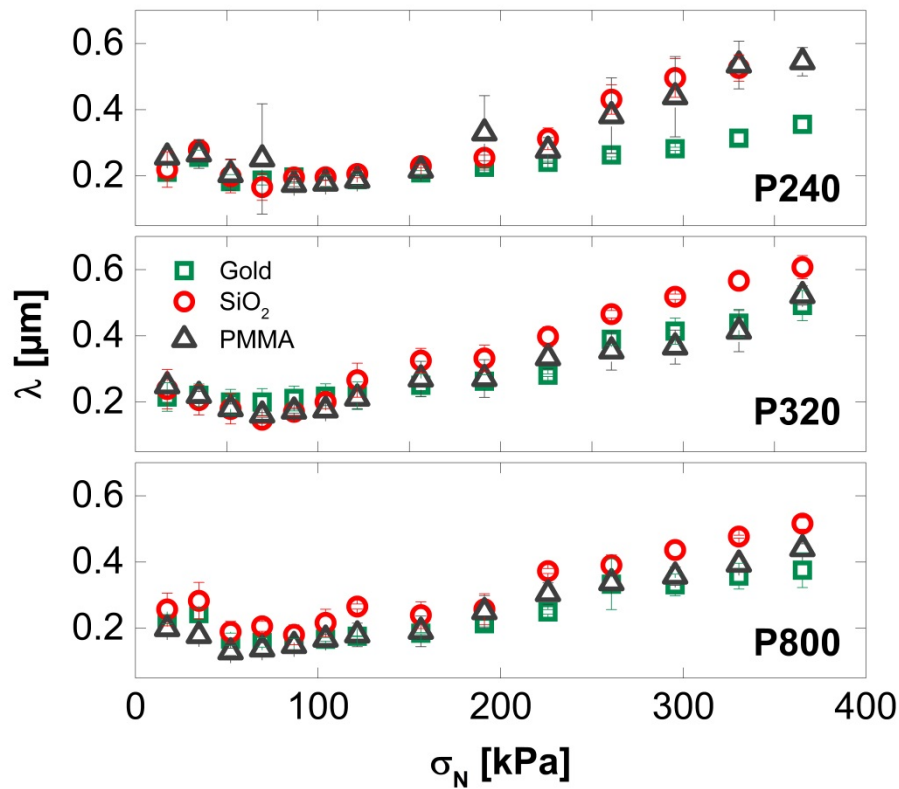


Abbildung 99 – Elastische Länge für die unterschiedlichen rauen PMMA-Plättchen auf unterschiedlich beschichteten Quarzen gemessen auf der Fundamentalen bei 5 MHz

Bei allen drei Plättchen zeigt sich eine leichte Abhängigkeit vom ausgeübten Druck. Unter kleinen Drücken bis etwa 150 kPa könnte die elastische Länge als nahezu konstant ansehen werden. Ab da steigt sie etwa bis zum theoretisch berechneten Wert von etwa 0.4 μm linear an.

13 Stationäre Strömungen auf dem Quarz

Neben der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung kann als zusätzliche Analysemethode die Scheramplitude verwendet werden. Die auftretenden Amplitudeneffekte werden meistens durch partikelartige Proben verursacht, da sich hier eine Spannungskonzentration an den Grenzflächen des Kontakts ausbildet. In der Arbeitsgruppe von HÖÖK wird mittels des Ring-down-Verfahrens untersucht, in wie weit die Partikelanbindung auf der Quarzoberfläche verhindert werden kann.^[70] Bei diesem Verfahren wird ein Puls auf der Fundamentalen gegeben und das Messsignal auf dem ersten Oberton abgegriffen. Anstelle von Partikeln wurde auch das Verhalten von Bakterien untersucht. Es hat sich dabei herausgestellt, dass es auf die Bakterienart ankommt. Hier zeigen unterschiedliche Bakterien ein unterschiedliches Verhalten bei der Adsorption unter hohen Scheramplituden.^[54]

Ein für diese Arbeit wichtiges Verfahren ist die Methode des Rupture Event Scanning (REVS). Hierbei geht es nicht um die Verhinderung der Anbindung, sondern um das Abschütteln der Partikel. In dem Moment, wenn sich ein Partikel von der Quarzoberfläche ablöst, kann dies über die elektrische Kraft als Peak im Spektrum detektiert werden.^[71,72] Hier wird auf der Fundamentalen angeregt und auf dem ersten Oberton das Messsignal bei der Abreißamplitude abgegriffen. Das elektrische Signal kann als Maß für die Stärke einer Bindung genommen werden - Abbildung 100 verdeutlicht dies. Auf dem Schwingquarz befindet sich eine selbstorganisierte Monolage. Hierfür eignen sich langkettige Alkanthiole sehr gut, weil die Schwefel-Gold-Bindung mit einer Bindungsstärke von ca. 400 kJ/mol sehr gut bindet. Diese Monolagen haben den Vorteil einer definierten ebenen Oberfläche.^[73,74] Auf dieser können sich dann zum Beispiel Antikörper anlagern, indem man das zweite Ende der Alkanthiole mit einer entsprechenden Gruppe funktionalisiert.

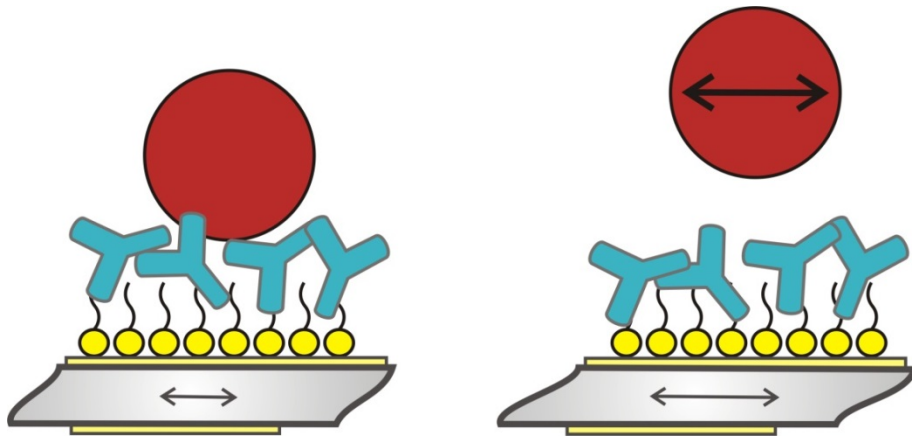


Abbildung 100 – Schematische Abbildung zum REVS mit der Ablösung eines Partikels von der Quarzoberfläche

Die Anbindung von Molekülen, z.B. Proteinen, ist unterschiedlich stark an die verwendeten Oberflächen. Dadurch findet das Abschütteln der Partikel bei unterschiedlich starken Scheramplituden statt, wodurch eine Aussage über die Bindungsstärke und eine Selektion der unterschiedlichen Partikel möglich ist.^[59,75] Hierbei stellt sich die Frage, wodurch das Ablösen der Partikel zustande kommt. Es gibt zwei Möglichkeiten: Zum Einen kann das Ablösen ein Trägheitseffekt sein, der durch das Gewicht bzw. die Trägheit des Partikels beeinflusst wird. Zum Anderen besteht die Möglichkeit, dass sich eine Strömung auf dem Quarz ausbildet, die den Partikel mitreißt. COOPER et al. formulierten, dass dieser Effekt aufgrund der Trägheit der Partikel zustande kommt. In den durchgeführten Experimenten (s. Abschnitt 13.1) konnte gezeigt werden, dass sich eine stetige Strömung in der Nähe der Quarzoberfläche ausbildet, die vermutlich das Ablösen des Partikels begünstigt.

Stetige Strömungen werden unter anderem in der Mikrofluidik als Surface-Acoustic-Wave-Devices (SAW) eingesetzt.^[6-8,76] Die Funktionsweise eines solchen SAW wird in Abbildung 101 dargestellt. Durch eine akustische Oberflächenwelle in einem Tropfen wird eine Strömung induziert. Die Oberflächenwelle klingt beim Eintreten in die Flüssigkeit exponentiell ab, sorgt aber dafür, dass die Flüssigkeit zu Schwingen anfängt und dadurch eine Strömung entsteht. Ähnliches passiert auch mit der Flüssigkeit auf einem Quarz, der bei hohen Scheramplituden betrieben wird.

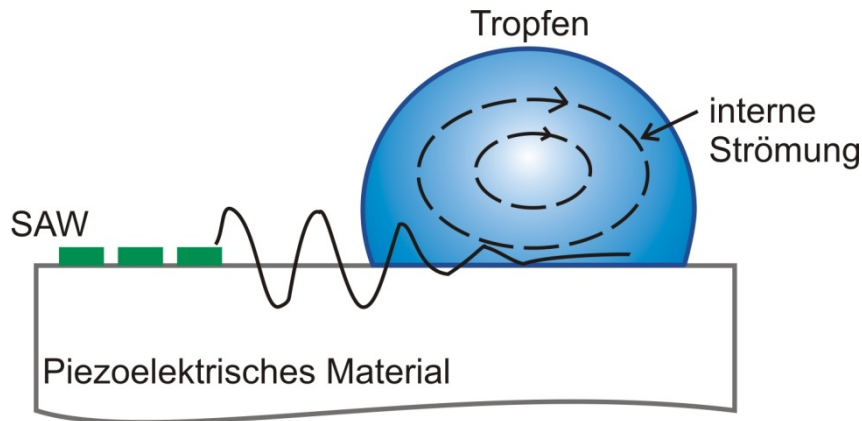


Abbildung 101 – Schematische Abbildung von der Initiierung einer stetigen Strömung durch eine akustische Oberflächenwelle (nach [6])

Ein Erklärungsmodell für diese Strömung liefert die NAVIER-STOKES-Gleichung (45). Sie beschreibt allgemein die Bewegung von Flüssigkeiten und Gasen und stellt ein Kräftegleichgewicht zwischen der Beschleunigung der Flüssigkeit und den auf die Flüssigkeit wirkenden Kräften auf.^[77] Auf der linken Seite der Gleichung (45) befinden sich zwei Terme: Der erste Term steht für die lineare Beschleunigung, der zweite für das nicht-lineare Verhalten, das auch advektiver Impulstransport genannt wird.

$$\rho \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \rho(\vec{v} \cdot \vec{\nabla})\vec{v} = -\vec{\nabla}p + \eta \nabla^2 \vec{v} + \vec{F}_g \quad (45)$$

Auf der rechten Seite stehen die auf das Fluid wirkenden Kräfte wie Druck, Reibungs- und Schwerkraft. Für die Erklärung der stetigen Strömung auf dem Quarz wird der nicht-lineare Term benötigt. Dieser beschreibt die Ursache für die Beschleunigung des Partikels in der Flüssigkeit. Unter der Annahme, dass die Geschwindigkeit zeitharmonisch ist, ergibt sich durch die NAVIER-STOKES-Gleichung eine quadratische Abhängigkeit von der Strömungsgeschwindigkeit. Durch diese wird eine stetige Kraft verursacht, die der Grund für die stetige Strömung ist. Bei einer reinen Scherströmung würde es aufgrund des Terms $(\vec{v} \cdot \vec{\nabla})$ keine stetige Kraft geben. Beim Quarz gibt es noch Biegemoden („flexural Modes“), die diese Strömung verursachen.^[8,78] Unter flexural Modes wird in diesem Fall die Biegung des Quarzes in z-Richtung verstanden. Wird der Term des advektiven Impulstransports (Gleichung (46)) näher aufgeschlüsselt (Gleichung (45)), kann jedem Term eine Bewegung des Quarzes zugeordnet werden.

$$\rho(\vec{v} \cdot \vec{\nabla})\vec{v} = \rho \begin{bmatrix} v_x \frac{\partial}{\partial x} v_x & v_z \frac{\partial}{\partial z} v_x \\ v_x \frac{\partial}{\partial x} v_z & v_z \frac{\partial}{\partial z} v_z \end{bmatrix} \quad (46)$$

Der erste Term (oben links) steht für die Bewegung des Quarzes in x-Richtung (s. Gleichung (46) und Abbildung 102). Dieser steht für den Energy Trapping Effekt. Die Auslenkung in der Mitte des Quarzes ist sehr stark, nimmt zu den Rändern aber stark ab. Der Term $\partial/\partial x$ ist proportional zum Kehrwert der Länge des Quarzes, die deutlich kleiner ist als der Kehrwert der Wellenlänge. Aus diesem Grund kann der Term für die Bewegung der Flüssigkeit auf dem Quarz vernachlässigt werden. Wird der zweite Term (unten links) der Matrix betrachtet, beschreibt dieser die Bewegung des Quarzes in z-Richtung, auch flexural Modes genannt. Diese sind nicht für die tangential Strömung auf dem Quarz verantwortlich, spielen aber trotzdem eine große Rolle, auf die im nachfolgenden näher eingegangen wird. Der dritte Term (unten rechts) beschreibt die Ausbreitung der akustischen Welle in z-Richtung, das heißt in die Flüssigkeit hinein. Dieser Term ist auf Grund der Inkompressibilität klein und kann daher vernachlässigt werden. Der vierte Term (oben rechts) beschreibt die Ausbreitung der akustischen Welle in x-Richtung, also in Richtung der Quarzauslenkung und ist damit verantwortlich für die tangential Strömung auf der Quarzoberfläche.^[78,79] Die genauen mathematischen Zusammenhänge können der weiterführenden Literatur entnommen werden.^[79]

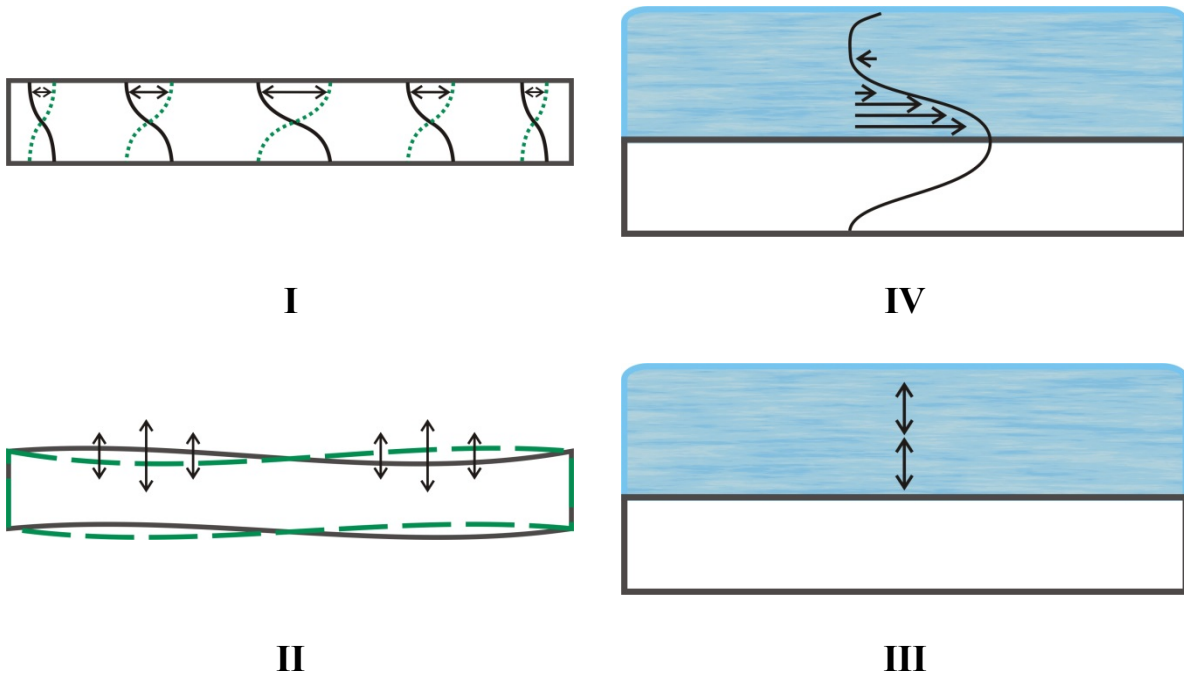


Abbildung 102 – Schematische Abbildungen der unterschiedlichen Bewegungen des advektiven Impulstransport auf dem Quarz

Durch das Energy Trapping des Quarzes wird bei der trockenen Scherbewegung an Luft eine Auslenkung in z-Richtung induziert. Durch die Flüssigkeit werden die auftretenden flexural Modes gedämpft und es ist daher möglich die Viskosität eines Mediums zu bestimmen. Für die Strömung bestand allerdings die Frage, ob die Strömung sich in die Quarzmitte oder eher von der Quarzmitte weg bewegen. In den Experimenten zeigte sich das sich die Partikel vom Rand des Quarzes zur Mitte bewegen und anschließend in die Flüssigkeit hinein. Das Verhalten kann über die flexural Modes erklärt werden. Die Biegung des Quarzes an Luft verursacht eine Bewegung, die in Abbildung 103 schematisch dargestellt ist.

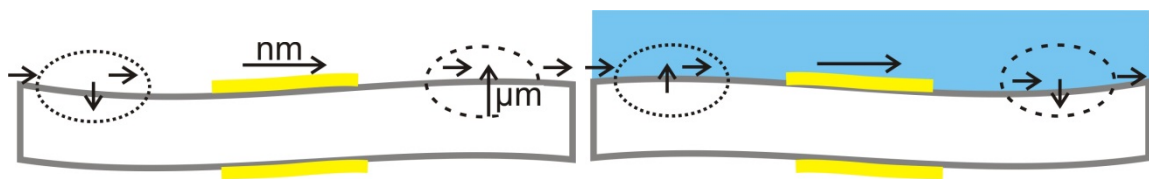


Abbildung 103 – Flexural Modes an Luft (links) und in Flüssigkeit (rechts)

Wird eine Halbwelle beim Quarz betrachtet, das bedeutet die Scherbewegung zu einer Seite hin, dann führt die Bewegung zu einer Kompression des Materials (Kreis aus gestrichelter Linie, s. Abbildung 103). Der Quarz ist bestrebt die Kompression auszugleichen, indem er sich nach oben bewegt. Befindet sich Flüssigkeit auf dem Quarz, macht der Quarz genau die gegenteilige Bewegung und bewegt sich nach unten. Der Grund liegt darin, dass die Flüssigkeit denselben Bewegungen ausgeliefert ist wie der Quarz. Der Unterschied ist, dass die Kompressionssteifigkeit der Flüssigkeit deutlich größer ist als die Biegesteifigkeit des Quarzes und dadurch die Flüssigkeit den Quarz nach unten drückt. Die Bewegung führt zu einer tangentialen Strömungsbewegung auf dem Quarz von außen nach innen. Wenn sich auf der einen Seite der Quarz nach oben bewegt muss er sich auf seiner anderen Seite in die entgegengesetzte bewegen (Kreis aus gepunkteter Linie, s. Abbildung 103).

13.1 Untersuchung des Strömungsverhaltens auf dem Quarz

Zur Untersuchung des Strömungsverhaltens auf dem Quarz wurden Polystyrolkugeln verwendet. Der Vorteil an Polystyrolkugeln ist, dass sie eine ähnliche Dichte wie Wasser besitzen. Dadurch konnte die Wasserbewegung nachvollzogen werden. Um das Strömungsverhalten bei hohen Scheramplituden zu untersuchen, wurde ein Verstärkerschaltkreis benutzt. Als Impedanzanalysator wurde in diesem Fall das Gerät SA250B (Saunders, Phoenix) genutzt. Zur Untersuchung wurde ein Quarzhalter verwendet, bei dem die Möglichkeit bestand, das Volumen der Flüssigkeit zu verändern und die Wasserbewegung beobachtet zu beobachten. Durch ein Auflichtmikroskop kann die Partikelbewegung sichtbar gemacht werden. Mit einer Kamera wird die Partikelbewegung aufgenommen und durch eine geeignete Software erfolgte im Anschluss die Auswertung.

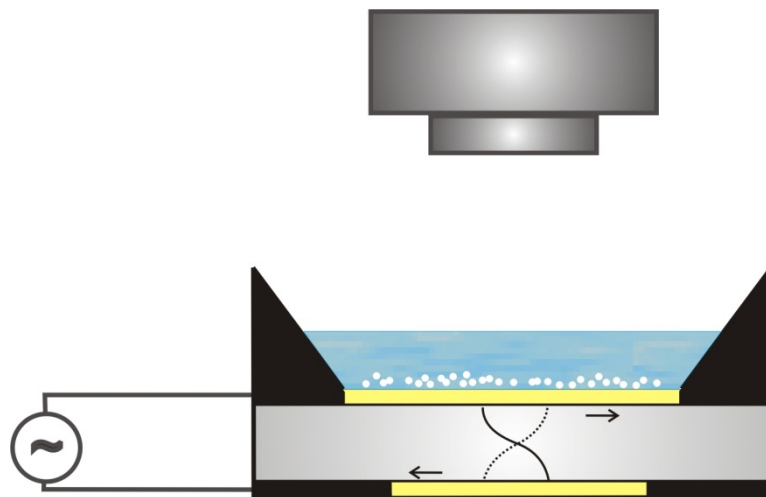


Abbildung 104 – Versuchsaufbau zur Untersuchung der Strömungen auf dem Quarz

Für diese Versuche wurde das Messverfahren im Programm QTZ modifiziert. Normalerweise wird die Resonanzfrequenz mit einer bestimmten Anzahl an Messpunkten abgefahren. Hier war es jedoch wichtig, dass man sich möglichst nur auf der Spitze der Resonanzfrequenz befindet um über den gesamten Zeitraum eine möglichst hohe Scheramplitude zu erhalten. Die Software wurde dahingehend modifiziert und bei den Einstellungen darauf geachtet, dass ein möglichst kleines Frequenz abgefahren wird.

Die sich ausbildende Strömung kann selbst ohne Mikroskop beobachtet werden. Mit dem Mikroskop kann jedoch noch ein detaillierteres Bild des Strömungsverhaltens gewonnen werden. Während des Experiments wurde die Fokusebene verändert, so dass sich der Fokus zu Beginn sehr nahe an der Quarzoberfläche befand und sich anschließend immer weiter von

der Quarzoberfläche entfernt. Wird der Quarz nun unter hohen Scheramplituden betrieben, zeigt sich eine tangentielle Strömung nahe der Quarzoberfläche (s. Abbildung 105). Die Partikel bewegen sich dabei vom äußeren Rand des Quarzes nach innen. In der Mitte der Quarzoberfläche angekommen, bewegt sich die Strömung nach oben in die Flüssigkeit hinein, also von der Quarzoberfläche weg. In den Videoaufnahmen sah man deutlich, dass die Partikel sich direkt auf den Beobachter zubewegen. Es bildeten sich zwei Halbkreisbewegungen aus, die durch die Geometrie des Quarzhalters begründet waren. Die Flüssigkeitszelle war von oben durch das Deckglas begrenzt – dadurch bewegten sich die oben angekommenen Partikel seitlich weg. Die tangentielle Bewegung der Partikel bzw. die tangentielle Strömung erfolgte parallel zur kristallografischen x-Achse. Die Kristallografische x-Achse der Quarze kann mittels Konoskopie bestimmt werden.^[79]

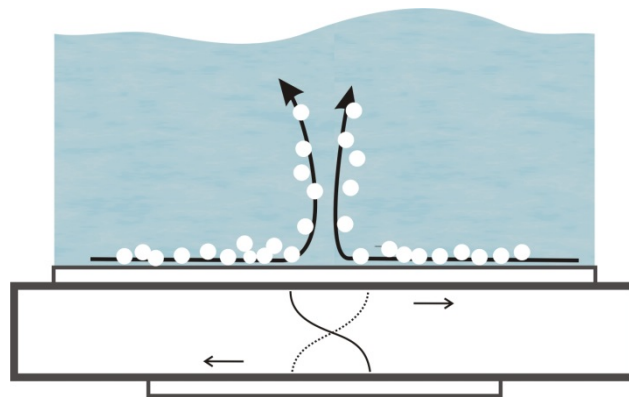


Abbildung 105 – Strömungsverhalten bei hohen Scheramplituden verdeutlicht durch Partikelbewegung

Es konnte zusätzlich noch ein weiteres Phänomen beobachtet werden: Trat die Strömung über eine längere Zeit auf dem Quarz auf, zeigte sich, dass sich Partikel in einer ringförmigen Anordnung an bestimmte Stellen auf der Quarzoberfläche anlagerten (s. Abbildung 106). Dies wurde auch schon von der Gruppe um HÖÖK beobachtet.^[80]

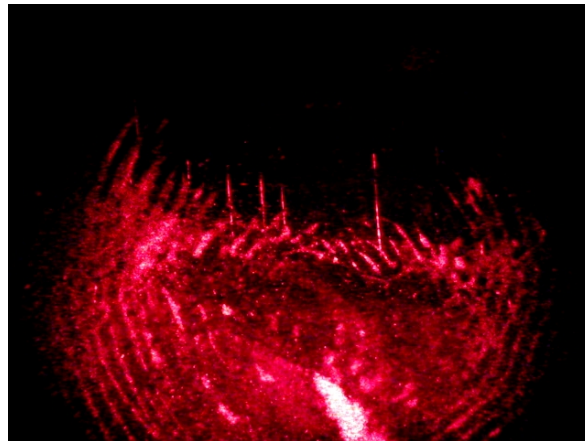


Abbildung 106 – Ausbildung von ringartigen Strukturen bei Strömungen auf dem Quarz^[79]

Diese Ringe kommen durch ein Interferenzphänomen zustande. Die paraxiale Approximation für die Scheramplitudenverteilung wird durch die aufgebrachten Elektroden unterbrochen, was die Ausbildung der Strukturen zur Folge hat. Die angenommene GAUSS-Verteilung weist in den unteren Teilen eine Unebenheit auf.^[45,81,82]

13.2 Bestimmung der Strömungsgeschwindigkeit

Die Strömungsgeschwindigkeit wurde durch Videoanalyse bestimmt. Hierfür wurde bei unterschiedlichen Scheramplituden („Drive Leveln“) jeweils ein Video aufgenommen und anschließend in Einzelbilder zerlegt. Ein Partikel wurde über eine Folge von Bildern verfolgt. Im Anfangs- und Endbild wurde der Partikel jeweils markiert und der Weg zwischen Anfangs- und Endzustand ausgemessen. Für eine möglichst genaue Messung wurde ein Bild von Millimeterpapier aufgenommen und das Pixel-Längen-Verhältnis ermittelt. Die Bildanalyse erfolgte mit dem Programm ImageJ.^[83]

Die Strömungsgeschwindigkeit wurde für unterschiedliche Flüssigkeitszellen bestimmt. Hierbei wurde der Abstand vom Deckglas zur Quarzoberfläche variiert. Das verwendete Volumen an Wasser (ca. 3 mL) war konstant. Durch eine trichterförmige Gestalt des Quarzhalters konnte dieser zu den Seiten hin weggedrückt werden. Außerdem wurde das Strömungsverhalten bei unterschiedlichen Obertönen untersucht.

Für die Strömungsgeschwindigkeit bei einem Abstand von 5 mm zwischen Deckglas und Quarzoberfläche ergibt sich ein proportionaler Zusammenhang von Strömungsgeschwindigkeit zur Stärke der Scheramplitude in Nanometern. In einer doppeltlogarithmischen Auftragung kann man sehr deutlich sehen, dass sich die Strömungsgeschwindigkeit quadratisch mit zunehmender Scheramplitude ändert. In Abbildung 107 ist der Zusammen-

hang am Beispiel für einen Abstand von 5 mm aufgetragen. Die gestrichelten Linien geben jeweils die Anpassung der Daten mit einer Steigung von 2 an.

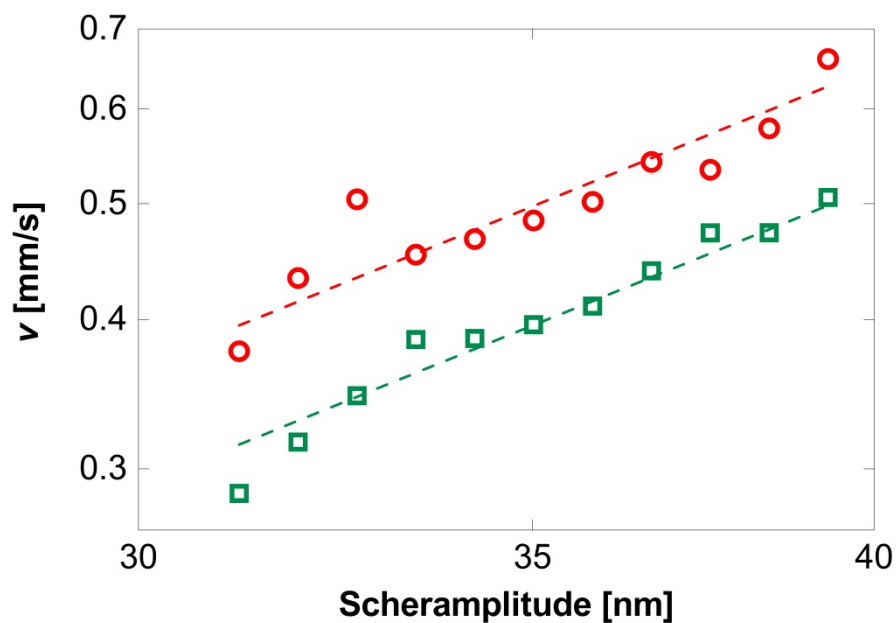


Abbildung 107 – Strömungsgeschwindigkeit der Partikel bei unterschiedlichen Scheramplituden und einem Abstand von 5 mm zwischen Deckglas und Quarzoberfläche; die beiden Farben markieren unterschiedliche Messreihen

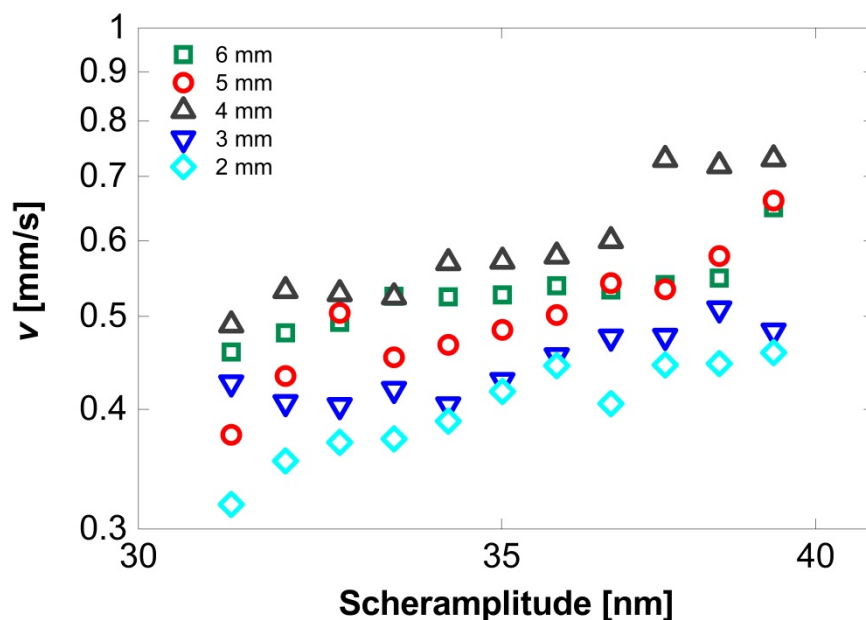


Abbildung 108 – Strömungsgeschwindigkeit der Partikel bei unterschiedlichen Scheramplituden und unterschiedlichem Abstand zwischen Deckglas und Quarzoberfläche

Wird der Abstand zwischen Deckglas und Elektrodenfläche variiert, werden die Partikel mit zunehmender Verkleinerung der Spaltbreite langsamer. Der allgemeine Zusammenhang zwischen Geschwindigkeit und Scherauslenkung bleibt allerdings erhalten. Bis auf die Daten zu einem Abstand von 4 mm passen sie sehr gut in das Gesamtbild.

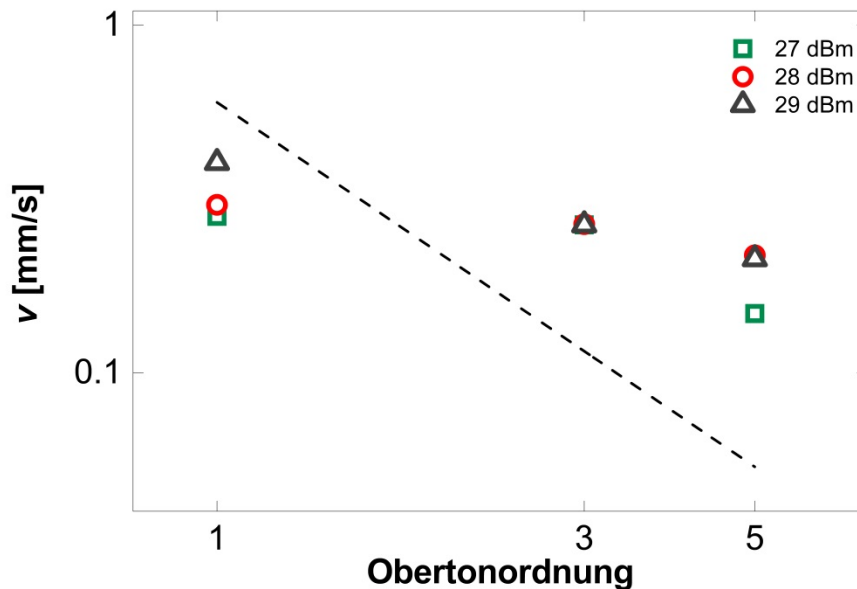


Abbildung 109 – Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Obertonordnung bei unterschiedlichen Scheramplituden

Neben der Größe der Flüssigkeitszelle wurde auch die Obertonabhängigkeit n untersucht. Der Vergleich der Obertöne kann auch als Analysemethode für die flexural Modes dienen. In Abbildung 109 ist die Obertonabhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeit in einer doppeltlogarithmischen Auftragung dargestellt. Die gestrichelte Linie hat eine Steigung von $-3/2$. Die Steigung ergibt sich, wenn das Verhältnis von v_z zu v_x unabhängig von der Obertonordnung ist. Dieses Potenzgesetz steht für die Voraussage, wieviel Einfluss die flexural Modes auf die Scheramplitude haben. Bei den Punkten unterhalb der Linie sind die Bewegungen in z -Richtung sehr schwach ausgeprägt und haben daher nur einen sehr geringen Einfluss. Daher kann auf der Fundamental sehr gut gemessen werden.

14 Energy Trapping

Sowohl bei der Kontaktmechanik als auch bei den Strömungen macht sich das Energy Trapping des Quarzes bemerkbar. Auf der einen Seite würde ohne diesen Effekt das Strömungsverhalten auf dem Quarz deutlich anders aussehen, auf der anderen Seite schränkt dieser Effekt stark ein. Die zu nutzende Fläche auf dem Quarz beschränkt sich auf die Mitte mit einer Fläche von ungefähr 33 mm². Wünschenswert wäre es, wenn man eine größere aktive Fläche nutzen könnte.

Um dies zu testen, wurden Experimente mit blanken Quarzen durchgeführt. Blank bedeutet in diesem Falle, dass die Quarze keinerlei Elektroden haben. Sie werden über ein äußeres elektrisches Feld angeregt. Mit Hilfe einer Ringelektrode für die obere Seite konnte an einzelne Stellen auf dem Quarz eine Kugel gesetzt werden um zu sehen, wo eine Verschiebung der Resonanzfrequenz stattfindet.

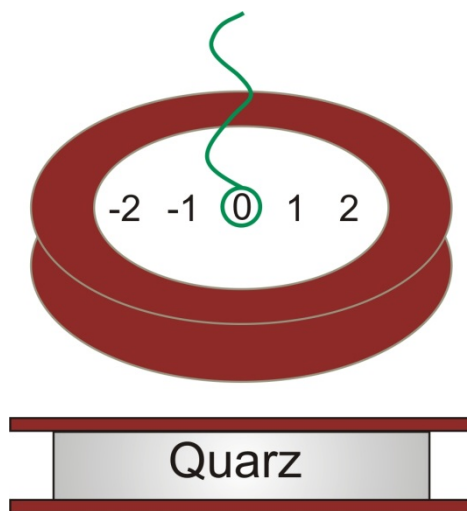


Abbildung 110 – Schematischer Aufbau mit Ringelektrode

Abbildung 110 zeigt den schematischen Aufbau. Die obere Ansicht ist die Draufsicht auf den Quarz. Die Nummern geben die Positionen in den folgenden Diagrammen an, an denen die Kugel jeweils aufgelegt wurde. Im unteren Bildteil wird die Seitenansicht dargestellt, die sich von einem „normalen“ Quarz mit aufgedampften Elektroden darin unterscheidet, dass die Elektroden über den Quarz hinausgehen. Zum Vergleich wurde das gleiche Experiment mit einem goldbeschichteten Quarz in einem offenen Halter durchgeführt. Bei beiden Versuchen wurden jeweils einmal entlang der kristallografischen x-Achse die Punkte auf der Linie gesetzt und einmal orthogonal dazu.

Für die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung beim Ringelektrodenexperiment ergab sich, dass ein starker Ausschlag auf der mittleren Position zu beobachten war. Die äußeren Positionen zeigen eher einen konstanten Wert (s. Abbildung 111).

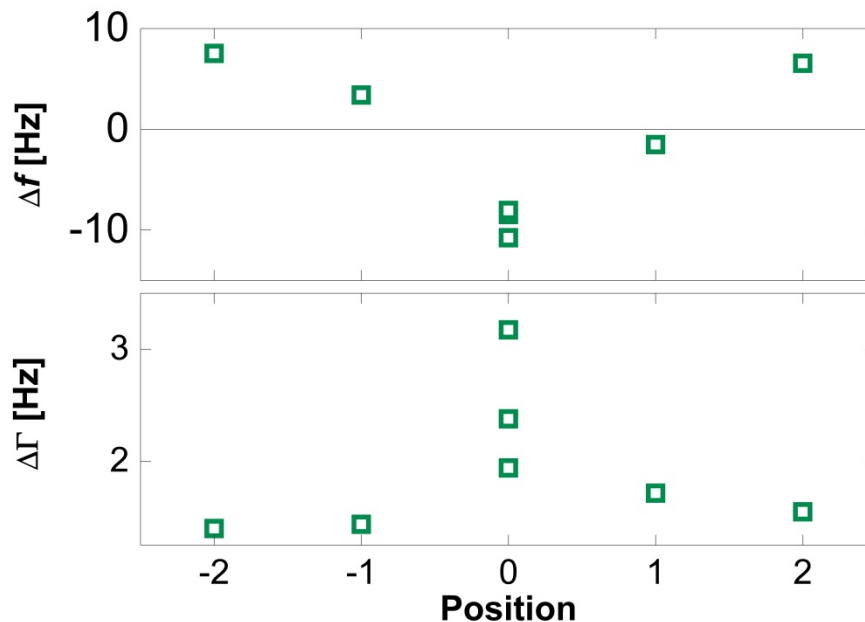


Abbildung 111 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen bei einer Kugel auf einem blanken Quarz

Dieses Phänomen kann man auch mit einer kleinen Platte aus Schleifpapier beobachten, die auf einen blanken Quarz gelegt wird, der sich zwischen zwei Kupferplatten befindet. Durch den Messaufbau war es möglich sich das Verhalten bei mehreren Obertönen anzusehen. Die Ergebnisse weisen darauf hin, dass selbst bei einem blanken Quarz eine Verteilung der Scheramplitude auftritt. Diese scheint in der Mitte am stärksten zu sein und zu den Rändern des Quarzes abzunehmen.

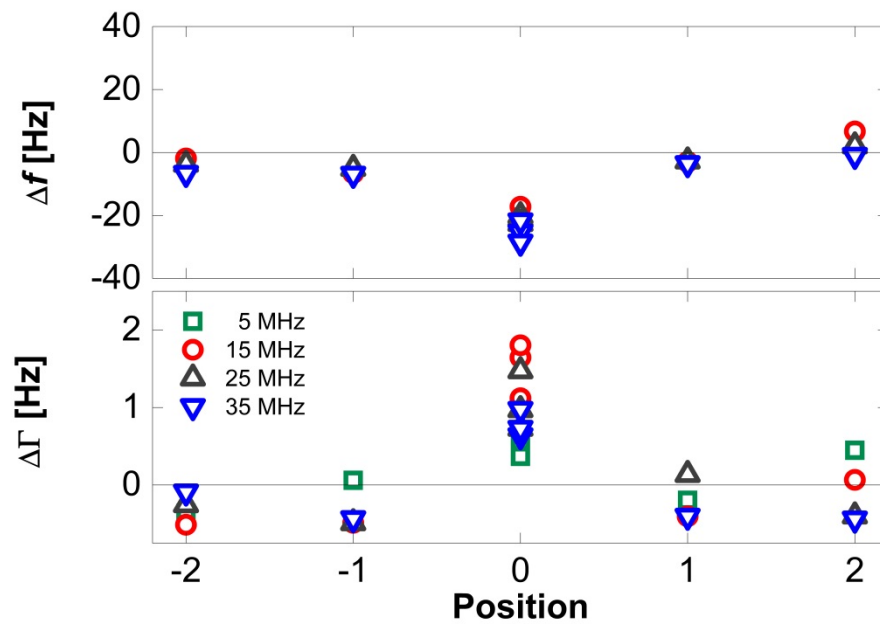


Abbildung 112 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen bei einem runden Stück Schleifpapier auf einem blanken Quarz

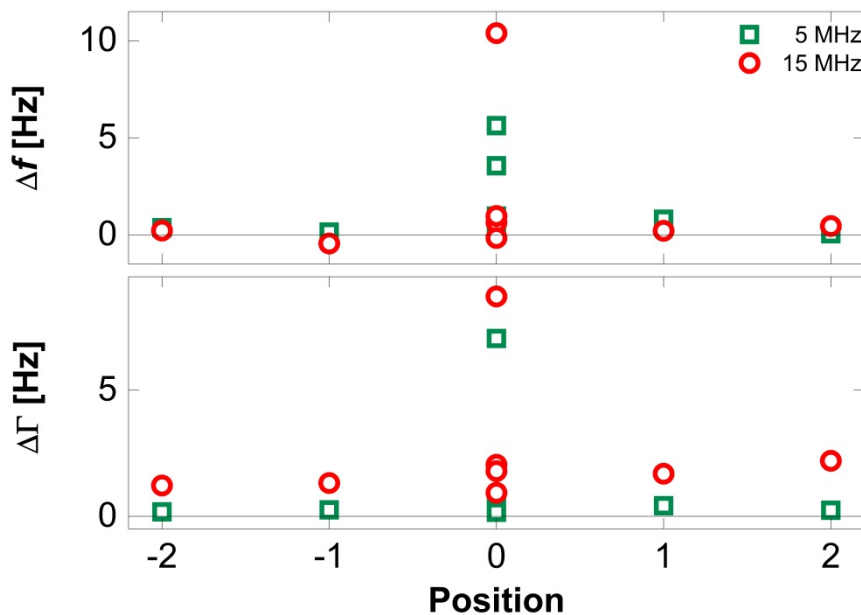


Abbildung 113 – Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen bei einer Kugel von unterschiedlichen Positionen auf einem goldbeschichteten Quarz

Zur Vervollständigung wird der Verlauf der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen auf einem Quarz mit aufgedampften Goldelektroden gezeigt. Warum die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen der blanken Quarze, die sich in einem äußeren elektrischen Feld befinden, genau den gegenteiligen Werte für Frequenz- und

Halbwertsbreitenverschiebung annehmen, konnte nicht geklärt werden. Fest steht jedoch, dass sich nur in der Mitte des Quarzes eine Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung feststellen lässt. Äquivalente Verläufe wurden auch bei kontaktmechanischen Untersuchungen auf blanken Quarzen, die über zwei Kupferplatten angeregt worden sind erhalten.

15 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war die Modifizierung der Schwingquarzmikrowaage für die Messung bei hohen Scheramplituden. Hierdurch wird es möglich, Untersuchungen durchzuführen, die sich mit nicht-linearem Verhalten beschäftigen. Durch erfolgreiche Veränderung des Versuchsaufbaus konnten sowohl tribologische Untersuchungen als auch Messungen, die für mikrofluidische Anwendungen von Interesse sind, durchgeführt werden.

Neben dem Einzelkontaktproblem lag das Hauptaugenmerk der Arbeit auf den Untersuchungen von rauen Oberflächen. Der Einzelkontakt wurde schon in vorherigen Arbeiten untersucht. Im Rahmen dieser Arbeit konnte eine erhebliche Weiterentwicklung des Messaufbaus vorgenommen werden, der sowohl eine deutlich bessere Reproduzierbarkeit ermöglicht als auch die Untersuchungen bei höheren Lasten. Sowohl beim Einzelkontakt als auch bei rauen Oberflächen wurden unterschiedlich beschichtete Quarze verwendet. Der auftretende Verschleiß bei den unterschiedlichen Beschichtungen konnte erfolgreich durch AFM-Messungen charakterisiert werden.

Um ein optimales Ergebnis bei den jeweiligen Untersuchungen zu gewährleisten, wurden unterschiedliche Netzwerkanalysatoren und Quarzhalter verwendet. Zusätzlich wurde in den jeweiligen Schaltkreis ein Verstärker eingebaut, um eine noch höhere Scheramplitude des Quarzes zu erzeugen. Sowohl der veränderte Quarzhalter als auch die hohen Scheramplituden machen es möglich, bei den tribologischen Untersuchungen des Einzelkontakts bis zu einer Normalkraft von 10 N zu messen. Bei den rauen Oberflächen konnten Drücke von bis zu 465 kPa erreicht werden. Die Untersuchungen zum Strömungsverhalten in der Nähe der Quarzoberfläche konnten dadurch erfolgreich durchgeführt werden. Es wurde ein Ergebnis zum bessern Verständnis der tatsächlichen Quarzbewegung gewonnen.

Beim Einzelkontakt findet unter hohen Scheramplituden ein Partial-Slip-Mechanismus statt. Das bedeutet, dass der Kontakt in der Mitte eine Haftzone hat und im Randbereich durch Vibrationen oder in diesem Fall durch eine tangentielle Auslenkung ein Gleiten stattfindet – auch Partial Slip genannt. Dieses partielle Gleiten im Randbereich geht in ein vollständiges Gleiten (Gross Slip) über, wenn die tangentielle Auslenkung des Quarzes stärker wird. Für den Einzelkontakt konnten beide Fälle beobachtet werden. Unter kleinen Kräften und hohen Scheramplituden wird Gross Slip gefunden. Mit zunehmender Kraft tritt nur noch Partial Slip auf. Aus dem Verlauf der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung konnte

durch Anwendung des CATTANEO-MINDLIN-Modells die Kontaktsteifigkeit und der apparente Reibungskoeffizient bestimmt werden. Bei diesem Modell wird von COULOMBScher Reibung im Randbereich, die proportional zur Normalspannung ist, ausgegangen. Die Kontaktsteifigkeit nimmt sowohl bei kleinen als auch bei großen Kräften mit steigender Kraft zu. Für den Reibungskoeffizienten erhält man auf den ersten Blick ein eher typisches Verhalten: Dieser nimmt zu höheren Kräften ab. Das kann über das Prinzip der Kontaktaufspaltung („Contact Splitting“) erklärt werden. Durch Aufspaltung des Kontaktes in viele kleine Kontakte verändert sich die auftretende Spannungsverteilung. Wie beim Gecko-Fuß findet eine bessere Haftung des Gesamtkontaktes statt. Allerdings wird bei einem kleinen Kontakt auch die Gestalt des Kontakts verändert, so dass jeder einzelne Kontakt eine deutlich stärkere Krümmung aufweist. Je stärker die Krümmung einer Oberfläche umso weniger Partial Slip kann auftreten. Im Grenzfall bei einer einzelnen Spitze, wie es in der Nanotribologie auftritt, findet kein Partial Slip statt. Die tangential Spannungsverteilung liegt unter einem kritischen Wert ab dem Partial Slip unterdrückt wird. Die Auswirkung ist, dass der Reibungskoeffizient unter steigender Last abnimmt. Dieses Verhalten wurde auch für den Einzelkontakt in Wasser im Rahmen der Masterarbeit von J. VLACHOVÁ beobachtet. Für die Werte des Verlustwinkels hat sich gezeigt, dass diese wider Erwarten nicht konstant sind. Das Verhalten weist auf Grenzflächenprozesse hin: Die auftretenden Spannungen werden nicht innerhalb des Materials abgebaut, sondern es erfolgt eine Energiedissipation in Form von Reibung. Das bestätigt das Auftreten von Partial Slip wodurch der Energieabbau des Systems stattfindet. Durch den modifizierten Versuchsaufbau war es zusätzlich möglich, Messungen auf dem dritten Oberton durchzuführen. Es zeigten sich im Vergleich dritten Oberton deutlich höhere Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen bei den Messungen auf der Fundamentalen. Allerdings tritt dritten Oberton ein stärkeres hysteretisches Verhalten der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen in Abhängigkeit von der Scheramplitude auf.

Für das Multikontaktproblem wurden Oberflächen aus PMMA und Aluminium mit Schleifpapieren unterschiedlicher Körnungen (P240, P320 und P800) bearbeitet. Neben den tribologischen Untersuchungen, die sowohl unter kleinen als auch großen Drücken durchgeführt wurden, ist die Oberflächenbeschaffenheit durch unterschiedliche Methoden charakterisiert worden. Neben dem Rauheitsparameter R_{RMS} wurden auch die fraktale Dimension, der HURST-Exponent und grad h bestimmt. Hierfür wurden topografische Bilder der Oberflächen mittels konfokaler Mikroskopie erstellt und daraus die jeweiligen Leistungsspektren berechnet. Die hergestellten Oberflächen weisen auf bestimmten Größenskalaen

fraktale Eigenschaften auf. Es hat sich gezeigt, dass allein einer dieser Parameter zur Charakterisierung der Oberfläche nicht ausreicht, sondern es sinnvoll ist, sich die Oberflächenbeschaffenheit durch Topografieaufnahmen anzusehen. Die Betrachtung aller Einflussgrößen hat ergeben, dass die PMMA-Plättchen, die mit der feinsten Körnung P800 bearbeitet wurden, auch die am feinsten strukturierte Oberfläche aufwiesen. Die Rauheitsparameter für die Oberflächen, die mit Schleifpapier der Körnungen P240 und P320 bearbeitet wurden, haben einen ähnlichen Wert. Durch visuelle Betrachtung kann jedoch ein kleiner Unterschied festgestellt werden. Die Oberflächen, die mit der Körnung P240 bearbeitet wurden, weisen die am größten strukturierte Fläche auf. Zusätzlich gab es einen deutlichen Unterschied zwischen den PMMA- und Aluminium-Plättchen. Durch die unterschiedlichen Härten der Materialien sind die Kontaktflächen des Aluminiums deutlich schärfer ausgeprägt.

Für die tribologischen Untersuchungen der rauen Oberflächen hat sich gezeigt, dass sie sich ganz ähnlich zum Einzelkontakt verhalten. Auch hier tritt ein Stick-Slip-Mechanismus auf. Unter kleinen Drücken und hohen Scheramplituden findet Gross Slip statt. Bei Erhöhung des Drucks nimmt der Gross Slip ab bis nur noch ein partielles Gleiten stattfindet. Der Verlauf der Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung in Abhängigkeit vom Druck hat gezeigt, dass die Frequenzverschiebung mit steigendem Druck linear zunimmt bis ein kritischer Wert erreicht wird, an dem diese einen konstanten Wert erreicht hat. Die Messungen bei niedrigen und hohen Drücken ergänzen sich hierbei.

Unter der Annahme einer fraktalen Oberfläche müsste die Kontaktsteifigkeit in einer doppeltlogarithmischen Auftragung gegen den ausgeübten Druck eine Gerade ergeben. Dieser Zusammenhang folgt aus Potenzgesetzen, da bei fraktalen Oberflächen die Oberflächenrauheit über mehrere Größenskalen konstant ist. Die Untersuchung der hier verwendeten Oberflächen ergab teilweise einen linearen Verlauf in der doppeltlogarithmischen Auftragung. Das weist – wie sich auch schon bei der Untersuchung der Rauheit gezeigt hat – darauf hin, dass die verwendeten Oberflächen nur über einen bestimmten Bereich fraktale Eigenschaften aufweisen. Generell nimmt die Kontaktsteifigkeit wie zu erwarten mit zunehmenden Druck zu. Der Reibungskoeffizient zeigt das erwartete Verhalten: Eine Zunahme mit zunehmendem Druck. Es zeigt sich, dass das PMMA-Plättchen, das mit der Körnung P800 bearbeitet wurde, den höchsten Wert für den Reibungskoeffizienten aufweist. Das passt sehr gut ins Bild der vorher bestimmten Oberflächenrauheit. Wenige flache Kontaktflächen werden schnell zu einer großen zusammengepresst. Dadurch wird es schwieriger, den gesamten Kontakt ins Gleiten zu

bringen und der Reibungskoeffizient steigt. Die Untersuchung der verschiedenen Beschichtungen hat ergeben, dass die Goldbeschichtung oft die höchsten Werte für die Kontaktsteifigkeit aufweist. Ein Grund dafür könnte in der Härte des Materials liegen: Bei einem harten Material ist ein besseres Gleiten möglich, wohingegen weichere Materialien einen höheren Reibungswiderstand aufweisen. Die Beschichtung aus Gold ist die weichste, die in dieser Arbeit verwendet wurde.

Die tribologischen Messungen wurden auch unter dem Gesichtspunkt des Junction Growth und Fretting Wear untersucht. Es hat sich gezeigt, dass mit den Verläufen von Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung das Verhalten – die Ausbildung bzw. die Vergrößerung der Kontaktfläche durch die tangential ausgeübte Kraft – für den Einzelkontakt und insbesondere bei rauen Oberflächen auftritt. Hierbei konnte festgestellt werden, dass beim ersten Oberton dieses Verhalten deutlich stärker ausgeprägt ist als bei der Fundamentalen. Dies hängt damit zusammen, dass beim ersten Oberton die Scheramplitude deutlich kleiner ist und der Quarz sich insgesamt schneller verschert. Die stärkere Ausprägung bei den rauen Oberflächen im Vergleich zum Einzelkontakt ist dadurch zu erklären, dass es deutlich mehr Kontaktpunkte gibt. Während des Prozesses findet dadurch ein verstärktes Abreißen und wieder Knüpfen eines Kontakts statt.

Die Verschleißreibung („Fretting Wear“) konnte erfolgreich nachgewiesen werden. Sowohl bei rauen Oberflächen als auch beim Einzelkontakt unter hohen Lasten tritt Verschleiß auf. Dieser nimmt mit steigender Obertonordnung ab, da die Auslenkung des Quarzes nicht mehr so groß ist – es ist nur noch ein kleineres Kontaktgebiet betroffen. Es konnte auch ein deutlicher Unterschied zwischen den Oberflächenbeschichtungen festgestellt werden. Bei der härteren Siliziumdioxidbeschichtung wurde deutlich weniger Verschleiß verursacht als bei der Goldbeschichtung.

Vergleiche der elastischen Länge, die BERTHOUD und BAUMBERGER als ein Maß für die Oberflächenbeschaffenheit eingeführt haben, zeigen, dass diese für die PMMA-Plättchen im gleichen Größenordnungsbereich liegt wie die theoretisch berechnete. Die elastische Länge zeigt bei allen Plättchen eine Abhängigkeit vom ausgeübten Druck.

Neben den tribologischen Messungen wurde auch das Strömungsverhalten auf dem Quarz untersucht. Es konnte festgestellt werden, dass sich bei hohen Scheramplituden eine Strömung nahe der Quarzoberfläche ausbildet. Zudem konnte durch den Verlauf der Strömung Aufschluss über die Quarzbewegung erhalten werden. Der Strömungsverlauf erfolgt tangential entlang der Quarzoberfläche vom Rand des Quarzes in die Mitte und geht

im Anschluss von der Quarzmitte nach oben in die Flüssigkeit hinein. Dies hat im Vergleich zu einer druckabhängigen Strömung den Vorteil, dass sich keine NERNSTschicht im Randbereich ausbildet und damit der Transport nicht durch Diffusion behindert wird. Der Quarz kann daher auch sehr gut als Pumpe eingesetzt werden. Zudem konnte durch die Untersuchungen das Wirkungsprinzip der REVS näher erklärt werden. Das Ablösen von Partikeln ist nicht wie bisher angenommen alleine auf die Trägheit der Partikel zurückzuführen, auch die vorhandenen Strömungen auf dem Quarz tragen mit zum Ablösen der Partikel bei. Zusätzlich wurde die Strömungsgeschwindigkeit auch in Abhängigkeit von der Obertonordnung untersucht. Es zeigte sich, dass die flexural Modes auf der Fundamentalen sehr klein sind und dort nur einen geringen Einfluss haben. Die Strömungsgeschwindigkeit verhält sich in Abhängigkeit von der Stärke der Scheramplitude in einer doppeltlogarithmischen Auftragung linear mit einer erwarteten Steigung von 2.

Der Effekt der tangentialen Strömungen und der Richtung der Strömung kommen aufgrund des Energy Trapping Effekts zu Stande. Es wurden Untersuchungen durchgeführt, bei denen sich zeigte, dass selbst bei einem blanken Quarz bei dem die gesamte Fläche zur Scherung angeregt wird, dieser Effekt auftritt.

Durch das in dieser Arbeit entwickelte Messverfahren, können für zukünftige Arbeiten die Untersuchungen von rauen Oberflächen noch erweitert werden. Ein wichtiger Punkt wäre die Variation der Luftfeuchte, da die Luftfeuchte bei tribologischen Systemen eine große Rolle spielt. Hier kann man sich an der Natur orientieren: Der Gecko nutzt die Feuchtigkeit der Umgebung aus, um sich auf Oberflächen zu bewegen. Bei anderen Insekten, zum Beispiel Fliegen, wird ein spezielles Sekret abgesondert, das für ein Anhaften sorgt. Dies führt gleich zum nächsten Punkt: Die Schmierung. Bei Motoren oder Maschinen dient die Schmierung der Systeme zur Vorbeugung und energieeffizientem Arbeiten. Hier könnte untersucht werden, wie sich Partial Slip bei rauen Oberflächen in geschmierten Zustand verhält. In dieser Arbeit wurden Vorversuche mit Siloxanen (PDMS) durchgeführt. Ein Problem, das sich dabei ergeben könnte ist die hohe Frequenz, bei der der Quarz schwingt und dadurch alle Polymere eine hohe Härte aufweisen. Die Vorversuche zeigen genau dieses Problem – PDMS wirkt in diesem Fall eher als Klebstoff.

Zusätzlich könnte eine größere Bandbreite an Rauheiten untersucht werden. Zur Vervollständigung zu den schon verwendeten Schleifpapieren könnten größere und kleinere Körnungen untersucht werden. Es hat sich gezeigt, dass unterschiedliche Strukturen auf den Oberflächen in Abhängigkeit von der Körnung des Schleifpapiers entstehen. Des Weiteren

wäre es zusätzlich interessant noch weitere gängige Materialien als Oberflächen auszuprobieren, die auch im Maschinenbau eingesetzt werden und für den Verschleiß größtenteils verantwortlich sind.

Eine Weiterentwicklung des Messaufbaus könnte in der Verwendung einer Universalprüfmaschine liegen, mit der eine stufenlose Krafteinstellung möglich ist. Wenn man eine geeignete Kameraoptik mit zusätzlichem Spiegelsystem verwendet, könnte es auch möglich sein die wahre Kontaktfläche zu beobachten. In Vorversuchen dieser Arbeit konnte für einen Einzelkontakt aus einem PDMS-Tropfen diese schon bestimmt werden.

16 Experimenteller Teil

16.1 Anrauen der unterschiedlichen Oberflächen

Die in dieser Arbeit verwendeten PMMA-Plättchen wurden aus Plexiglas-Stangen (Durchmesser 6 mm) hergestellt. Diese wurden auf eine passende Dicke zugeschnitten. Die Plättchen, die oben auf den Quarz aufgelegt werden, haben eine Dicke von 2.4 mm und ein Gewicht von 0.023 bis 0.025 g. Die Plättchen, die sich unter dem Quarz befinden haben eine Dicke von 7.2 mm. Durch das Schleifen verlieren die Plättchen nochmals an Dicke. Der Verlust liegt bei ungefähr 1-2 mm. Die verwendeten Aluminiumplättchen werden auch aus einer Stange aus einer Aluminiumlegierung (DIN: EN AW – 2007) mit einem Durchmesser von 6 mm hergestellt. Die Dicke liegt hier bei 1.3 mm und das Gewicht bei 0.06 g. Die Plättchen wurden vor dem Anrauen mit Reinstwasser (arium 611VF, Satorius) mit einem Widerstand von $18.2 \text{ M}\Omega\text{cm}^{-1}$ gereinigt. Anschließend wird das Plättchen durch Kreisbewegungen auf handelsüblichem Schleifpapier angeraut. Es wurden drei unterschiedliche Körnungen an Schleifpapieren verwendet: P240, P320 und P800. Für die Gewährleistung des gleichmäßigen Anrauens, wird das Plättchen in einen speziellen Halter gelegt.

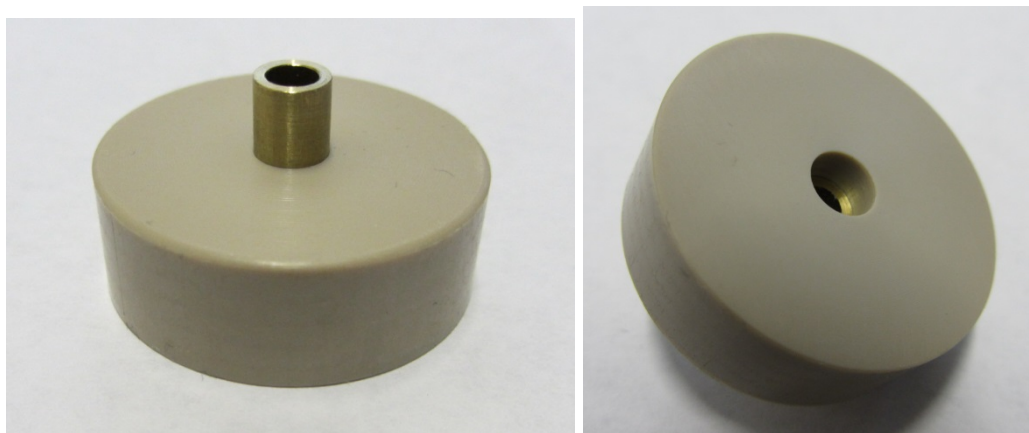


Abbildung 114 – Halter zum gleichmäßigen Anrauen von PMMA- und Aluminium-Plättchen

Nach dem Schleifen wurden die Plättchen nochmals gründlich gereinigt, um die Rückstände des Schleifpapiers zu entfernen. Durch die Überprüfung mit einem Auflichtmikroskop konnte festgestellt werden, ob die Plättchen sauber sind oder nochmals gereinigt werden mussten.

16.2 Messung der Höhenprofile

Die Messungen wurden an einem konfokalen Mikroskop durchgeführt. Hierfür wird das zu untersuchende Plättchen auf einen Objektträger aufgeklebt und in der Probenhalterung des Mikroskops befestigt. Für die Messungen wurde ein Objektiv mit 20-facher Vergrößerung gewählt und dazu der Expander 6 eingestellt. Als Quelle diente ein He/Ne-Laser mit einer Wellenlänge von 633 nm. Als Beamsplitter wurde RT 30/70 für Reflexion gewählt.

Bei den vorliegenden Messungen wurde das Pinhole auf 0.27 μm und der Zoom auf 1.5 eingestellt. Es wurde eine Fläche von 500 μm x 500 μm in xy-Richtung abgetastet. Das Höhenprofil wird über die Serienaufnahme erstellt. Hierbei werden in definierten Abständen Bilder in der xy-Ebene aufgenommen. Der Abstand lag in den meisten Fällen bei 0.32 μm . Es wurde eine Höhe zwischen 32 μm und 40 μm abgefahren. Bei der Messung wird das Streulicht detektiert und der Punkt mit der höchsten Intensität als Oberfläche genommen. Das Programm setzt die erhaltenen Bildinformationen anschließend zu einem topografischen Bild zusammen.

16.3 Synthese von Polymethylmethacrylat

Für die Synthese von Polymethylmethacrylat wird als Lösungsmittel Butanon gewählt. Die berechneten Einwaagen beziehen sich auf einen Feststoffgehalt von 12.5%. In ein Schraubdeckelglas werden 1.25 g Methylmethacrylat und 10 g Butanon gegeben und gut durchmischt. Anschließend werden 0.002 g AIBN (1.5 Gew%) hinzugegeben. Das Gemisch wird für 24 h in einen Heizblock bei 60 °C gegeben. Das AIBN wurde vorher aus Ethanol umkristallisiert.

16.4 Beschichtung von Schwingquarzen

Die Schwingquarze wurden mit einem Schleuderfilm beschichtet. Dieses wurde im Spin-Coater (Model WS-650MZ-23NPP, Laurell Technologies Corporation) durchgeführt. Hierfür wurde der entsprechende Probenhalter in den Spin-Coater eingebaut mit Hilfe eines Vakuums auf der Position gehalten. Die Quarze wurden vollständig mit einer Lösung aus Butanon und PMMA-Gemisch (2:1) beschichtet. Der Quarz wurde bei 6000 rpm über 2 min geschleudert. Die Anfangsbeschleunigung lag bei 500 rpm/s. Anschließend wurde der beschichtete Quarz bei 110 °C im Trockenschrank über Nacht getrocknet.

16.5 Schichtdickenbestimmung

Die Schichtdickenbestimmung erfolgte mit der Schwingquarzmikrowaage. Es wurde dabei der Aufbau gewählt, mit dem auch die tribologischen Messungen durchgeführt wurden. Die allgemeine Vorgehensweise ist dabei die gleiche. Der unbeschichtete Quarz wurde in den Quarzhalter eingebaut und dieser wurde auf unterschiedlichen Obertönen einschwingen gelassen. Hierbei wurde neben der Fundamentalen zusätzlich bei 15, 25, 35 und 45 MHz gemessen. Nachdem sich keine Veränderung mehr in der Frequenzverschiebung zeigte, konnte der Quarz entfernt und beschichtet werden. Als Referenzfrequenz wurde die Frequenzverschiebung im konstanten Bereich ausgewählt. Nachdem der Quarz beschichtet wurde, wird er wieder in den Quarzhalter eingebaut und die Frequenzverschiebung gemessen. Das QTZ-Programm rechnet selbständig die Frequenzverschiebung in eine SAUERBREYdicke um. Diese zeigt zwischen den unterschiedlichen Obertönen immer eine leichte Variation. Daher wurde ein Mittelwert über die unterschiedlichen Obertöne gebildet.

Für den Versuchsaufbau, der in Abschnitt 10 beschrieben wurde, sind die Control-Einstellungen in Tabelle 11 wiedergegeben.

Tabelle 11 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator N2PK

Points	201
avgs	3
Span / HBHW	4
Fit Range / HBHW	2

Für die Messungen bei hohen Scheramplituden, die in Abschnitt 8 und Abschnitt 9 diskutiert wurden, wurden die folgenden Parameter gewählt:

Tabelle 12 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator E5100A

Points	201
Bandwidth	300 Hz
Span / HBHW	8
Fit Range / HBHW	4
Drive Level (Programm Wert)	-45 dBm

16.6 Kalibrierung der Messaufbauten

Für eine gute Messung muss der jeweilige Messaufbau kalibriert werden. Das liegt daran, dass der tatsächliche Wellenwiderstand sich je nach Kabellängen, Halter und zusätzlichen Bauteilen verändert.

16.6.1 Kalibrierung mit dem Netzwerkanalysator N2PK

Wird der Netzwerkanalysator N2PK verwendet, wird die Kalibrierung über die dazugehörige Software MyVNA durchgeführt. Wird in Reflexion gemessen, muss bei Instrumental Mode „Reflection“ angegeben sein. Es wird in der Bedienleiste „Full Scan“ bei einer möglichst hohen Anzahl an Punkten (2000 points) und wenigen Mittelungen (5 avgs) eingestellt. Das Programm fragt anschließend die unterschiedlichen Möglichkeiten OPEN, SHORT und LOAD (50 Ω -Widerstand) ab.

Bei der Kalibrierung in Transmission wird beim Instrumental Mode „Transmission“ angegeben. In der Bedienleiste wird „Full Scan“ und eine möglichst hohe Anzahl an Messpunkten und wenig Mittelungen eingestellt. Das Programm fragt hierbei aber nur die THRU Mode ab. Das bedeutet es wird INPUT mit OUTPUT verknüpft.

16.6.2 Kalibrierung mit Netzwerkanalysator Agilent E5100A

Wird der Netzwerkanalysator E5100A verwendet, findet die Kalibration direkt am Gerät statt. Als erstes werden die Grenzen des Frequenzbereichs festgelegt. Über den Softbutton START auf 100 kHz gestellt und STOP 100 MHz.

Für Reflexion wird der Softbutton „Impedance/Refl.“ gedrückt. Über FORMAT kann die Art der Messung eingestellt werden. Die Kalibrierung kann nur über den Widerstand erfolgen daher wird R/X eingestellt. Die Kalibrierung einer Reflexionsschaltung erfolgt über den Hartbutton CAL. Hierbei wird „1 Port 3 Term“ Kalibrierung ausgewählt. Danach öffnet sich ein Menü, in dem man hintereinander die drei unterschiedlichen Kalibrierung durchführen kann: OPEN, SHORT und LOAD (50 Ω -Widerstand). Hierbei sollten die drei Standards an der Stelle im Schaltkreis angeschlossen werden, an der sich der Quarzhalter normalerweise befindet.

Der Unterschied zur Kalibrierung in Transmission liegt bei der Einstellung MEANS/DISPLAY unter FUNCTION. Hier wird nun „Impedance/Trans“ ausgewählt. Die Kalibrierung muss wieder über die Widerstandsmessung erfolgen. Die Kalibrierung erfolgt

dann über den Hartbutton CAL. In diesem Fall wird der Softbutton „1Term“ gedrückt und eine THRU-Kalibrierung durchgeführt. Das heißt der INPUT wird mit dem OUTPUT verbunden.

16.7 Allgemeine Arbeitsanweisung für tribologische Messungen

Ein Quarz wird in den jeweiligen Quarzhalter (s. Abbildung 40 oder Abbildung 41) eingespannt und über einen kurzen Zeitraum einschwingen gelassen bis sich die Spannungen abgebaut haben und die Frequenzverschiebung konstant ist. Der Quarz ist dabei so in den Halter gelegt, dass die Frontelektrode geerdet ist. Der Halter befindet sich in einem Reflexions- oder Transmissionsschaltkreis (s. Abbildung 39) mit dem jeweiligen Netzwerkanalysator. Bei kleinen Lasten werden die Kugeln auf ein Metallplättchen mit einem Durchmesser von 6 mm geklebt. Bei hohen Lasten sind die Kugeln auf ein PMMA-Plättchen mit einem Durchmesser von 5 mm mit Sekundenkleber (UHU GmbH & Co KG) geklebt.

Die Messungen werden mit Hilfe des Programms „QTZ“ durchgeführt und die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung aufgenommen. Beim Messprogramm kann dabei die Anzahl der Punkte pro Sweep sowie die IF-bandwidth in Hz eingestellt werden. Ebenso wird der Faktor für den Fit-Bereich (Fit Range/HBHW) und die Breite des Fensters, in dem sich die Resonanzkurve befindet, festgelegt. Dieser Faktor wird mit dem Wert für die Halbwertsbreitenverschiebung multipliziert und gibt die Breite des Fensters an.

Für die Drive Level Dependence wurde immer ein Minimum und ein Maximum für die ausgegebene Leistung in dBm festgelegt. Die Anzahl der Schritte zwischen dem Minimum und dem Maximum und die Datenpunkte pro Schritt werden ebenfalls festgelegt. Auch wird die Anzahl an Scans pro Amplitudensweep definiert. Das Drive Level Maximum variiert innerhalb einer Messreihe, da mit mehr Gewicht der Quarz stärker gedämpft wird und somit auch mehr Leistung an den Elektroden anliegen kann. Als Control-Parameter für den Netzwerkanalysator E5100A wurden folgende Einstellungen gewählt:

Tabelle 13 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator E5100A

Points	201
Bandwidth	300 Hz
Span / HBHW	8
Fit Range / HBHW	4

Bevor die eigentliche Messreihe durchgeführt werden kann, wird der nicht beladene Quarz einem Amplitudensweep unterzogen. Aufgrund des intrinsischen Effekts der Quarze kommt es zu einer Amplitudenabhängigkeit, die bei den folgenden Messreihen mitberücksichtigt werden muss. Die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung wird aufgenommen und die erhaltene Messkurve wird mittels OriginPro 9.1G als polynominaler Fit vierter Ordnung angenähert. Der Ordinatenabschnitt sollte Null sein, da dies die Referenzmessung für alle weiteren ist und gegen diesen Wert die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung berechnet wird. Die so erhaltenen Polynominalkoeffizienten können in das Messprogramm eingegeben werden und werden bei den folgenden Messungen jeweils mit berücksichtigt.

Anschließend werden die einzelnen Gewichte nacheinander auf den Quarz gelegt und pro Gewicht der Amplitudensweep durchgeführt. Für niedrige Lasten wurde mit zwei unterschiedlichen Gewichtssets gearbeitet. Dies hängt mit den unterschiedlichen Durchmesser der Plättchen, auf die die Kugeln aufgebracht wurden oder die angeraut worden sind, zusammen.

Tabelle 14 – Verwendete Gewichte mit 6 mm Durchmesser für die Untersuchung bei kleinen Lasten

0.60 g	2.20 g	3.83 g
1.14 g	2.73 g	
1.68 g	3.30 g	

Tabelle 15 – Verwendete Gewichte mit 5 mm Durchmesser für die Untersuchung bei kleinen Lasten

0.50 g	1.46 g	2.46 g
0.95 g	1.96 g	

Für hohe Lasten wurden folgende Gewichte verwendet:

Tabelle 16 – Verwendete Gewichte für die Untersuchung bei hohen Lasten

50.10 g	300.17 g	751.35 g
100.08 g	350.07 g	851.83 g
150.24 g	450.07 g	952.52 g
200.08 g	550.73 g	1052.78 g
250.26 g	651.04 g	

16.7.1 Durchführung der Einzelkontaktmessungen bei niedrigen Lasten

Messungen mit SiO₂- und PMMA-beschichtetem Quarz^f

Es wird nur auf der Fundamentalen bei 5 MHz gemessen. Der Aufbau 1 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis B (Abschnitt 3.1, S. 18) mit dem Netzwerkanalysator Agilent E5100A verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Kugeldurchmesser beträgt 2.2 mm. Die Gewichte gehen von 0.5 g bis 3.0 g (s. Tabelle 14). Die Gewichte werden in 0.5 g-Schritten erhöht. Bei den Messungen wurde der intrinsische Effekt des Quarzes nicht abgezogen, da dieser mit den verwendeten Messparametern vernachlässigbar ist. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 17 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit SiO₂- und PMMA-beschichtetem Quarz in Abschnitt 8.1 bei 5 MHz

	Programm-Wert
Min	-15.0 dBm
Max	10.0 dBm
Drive Level Steps	2.5 dB
Points/Level	1
Scans	2

^f Die Messungen wurden im Rahmen der Masterarbeit von J. VLACHOVÁ gemacht

16.7.2 Durchführung der Einzelkontaktmessungen bei hohen Lasten

Messungen mit goldbeschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz) und dem dritten Oberton (15 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Kugeldurchmesser beträgt 2.1 mm. Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht, anschließend liegt die Schrittweite bei etwa 100 g. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 18 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 150 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	bis 250 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 300 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 19 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 100g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	bis 200 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 450 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz) und dem dritten Oberton (15 MHz) gemessen. Die Schichtdicke beträgt ca. 387 nm. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Kugeldurchmesser beträgt 2.1 mm. Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht. Ab 450 g werden noch Gewichte mit 550, 750 und 1050 g vermessen. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 20 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	ab 50 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 200 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 21 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 150 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	bis 200 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 250 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz) und dem dritten Oberton (15 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Kugeldurchmesser beträgt 2.1 mm. Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht, anschließend liegt die Schrittweite bei etwa 100 g. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 22 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 200 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	bis 350 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 450 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 23 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz in Abschnitt 8.2 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
ax	bis 100 g	-12.0 dBm	15.0 dBm
	ab 150 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	ab 300 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 450 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

16.7.3 Durchführung der Messungen an rauen Oberflächen für hohe Drücke

Messungen mit goldbeschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz), dem ersten (15 MHz) und dritten anregbaren Oberton (25 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Durchmesser des PMMA-Plättchens beträgt 6 mm. Die Plättchen wurden mit einem von drei zur Verfügung stehenden Arten Schleifpapier bearbeitet (Körnungen P240, P320 und P800). Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht, anschließend liegt die Schrittweite bei etwa 100 g. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 24 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	ab 50 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 25 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 250 g	-5.0 dBm	22.0 dBm
	ab 300 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 26 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 25 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 50 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	ab 100 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz), dem ersten (15 MHz) und dritten anregbaren Oberton (25 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Durchmesser des PMMA-Plättchens beträgt 6 mm. Die Plättchen wurden mit einem von drei zur Verfügung stehenden Arten Schleifpapier bearbeitet (Körnungen P240, P320 und P800). Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht, anschließend liegt die Schrittweite bei etwa 100 g. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 27 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 100 g	-5.0 dBm	22.0 dBm
	ab 150 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 28 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit SiO₂-beschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 100 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 150 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz), dem ersten (15 MHz) und dritten anregbaren Oberton (25 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Durchmesser des PMMA-Plättchens beträgt 6 mm. Die Plättchen wurden mit einem von drei zur Verfügung stehenden Arten Schleifpapier bearbeitet (Körnungen P240, P320 und P800). Die Gewichte reichen von 50 bis 1050 g. Zwischen 50 und 350 g wird schrittweise um ca. 50 g erhöht, anschließend liegt die Schrittweite bei etwa 100 g. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 29 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 5 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 150 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 200 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

Tabelle 30 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit PMMA-beschichtetem Quarz in Abschnitt 9.1 bei 15 MHz

		Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min		-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	bis 50 g	-10.0 dBm	17.0 dBm
	bis 200 g	-8.0 dBm	19.0 dBm
	ab 250 g	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps		1.0 dB	
Points/Level		1	
Scans		3	

16.7.4 Durchführung der Messungen an rauen Oberflächen mit niedrigen Drücken

Messungen mit goldbeschichtetem Quarz

Es wird auf der Fundamentalen (5 MHz) gemessen. Der Aufbau 2 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wird im Schaltkreis C (s. Abschnitt 7.1, S. 53) verwendet. Der Netzwerkanalysator Agilent E5100A wird verwendet (s. Control-Einstellungen in Tabelle 13). Der Durchmesser des PMMA-Plättchens beträgt 6 mm. Die Plättchen wurden mit einem von drei zur Verfügung stehenden Arten Schleifpapier bearbeitet (Körnungen P240, P320 und P800). Die Gewichte wurden mit einer Schrittweite von 0.5 g erhöht. Als Parameter wurden die folgenden gewählt:

Tabelle 31 – Drive Level Dependence-Einstellungen für die Messungen mit goldbeschichtetem Quarz in Abschnitt 9.2 bei 5 MHz

	Programm-Wert	nach der Verstärkung
Min	-45.0 dBm	-18.0 dBm
Max	-3.0 dBm	24.0 dBm
Drive Level Steps	1.0 dB	
Points/Level	1	
Scans	3	

16.7.5 Durchführung der Untersuchungen zur Obertonabhängigkeit

Es wird auf der Fundamentalen und bis zum elften anregbaren Oberton gemessen. Der Aufbau 1 (s. Abschnitt 7.2, S. 55) wurde im Schaltkreis B (s. Abschnitt 3.1, S. 18) eingebaut und mit dem Netzwerkanalysator N2PK verwendet. Der Durchmesser der PMMA- und Aluminium-Plättchen sowie der Gewichte beträgt 5 mm. Die Messungen wurden zum Einen auf einem goldbeschichteten Quarz und zum Anderen auf einem PMMA-beschichteten Quarz durchgeführt. Die verwendeten Gewichte sind in Tabelle 15 aufgelistet. Die Schrittweite der Gewichte liegt bei ca. 0.5 g. Sowohl die PMMA-, als auch die Aluminium-Plättchen wurden mit einem von drei zur Verfügung stehenden Arten Schleifpapier bearbeitet (Körnungen P240, P320 und P800). Die Gewichte der verwendeten PMMA-Plättchen liegen zwischen 0.023 und 0.025 g. Bei den Aluminium-Plättchen liegt das Gewicht bei 0.06 g. Folgende

Control-Einstellung (Tabelle 32) werden im Programm MyVNA über das QTZ-Programm für die Messung eingestellt:

Tabelle 32 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator N2PK

Points	150
avgs	3
Span / HBHW	4
Fit Range / HBHW	2

Die Messung der unterschiedlichen Obertöne erfolgt in direkter Folge für jedes Gewicht. Das Messprogramm misst die Obertöne nacheinander und beginnt dann wieder von vorne. Die Gewichte werden nacheinander auf den Quarz gelegt. Bei einem Gewicht wird so lange gemessen bis die Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebung einen konstanten Wert erreicht. Dies erfordert meistens 5 bis 10 min.

16.8 Messungen zur Strömungsgeschwindigkeit

Für die Messungen der Strömungsgeschwindigkeit wurde ein Halter verwendet, bei dem durch ein Deckglas die Wasserbewegung beobachtet werden konnte und zusätzlich eine Veränderung der Flüssigkeitszelle durch Variation des Abstandes des Deckglases zur Elektrodenoberfläche möglich ist. Für die Messungen wurden SiO₂-beschichtete Quarze (Maxtek Inc; Santa Fe Springs, CA). Der Quarzhalter wurde in einen Reflexionsschaltkreis mit einem 30 dB Verstärker (ZHL-1-2W; Mini-Circuits) am Ausgang des Netzwerkanalysators und einem 30 dB Dämpfer (VAT-30W2+; Mini-Circuits) am Eingang eingebaut. Es wurde keine Reflexionsbrücke verwendet. Als Impedanzanalysator wird die Messkarte SA250B (Saunders, Phoenix, AZ) verwendet.

Für die Untersuchungen wurden Polystyrolpartikel mit einem Durchmesser von 10 µm (Produkt-Nr. 01-00-104 Micromer-plain; Micromode Partikeltechnologie GmbH) dispergiert in Reinstwasser (arium 611VF, Saturius) verwendet.

16.8.1 Untersuchungen bei konstantem Abstand

Die Untersuchungen bei konstantem Abstand wurden wie folgt durchgeführt: Der Quarzhalter wurde auf den gewünschten Abstand eingestellt und die Kamera wurde auf dem Mikroskop so fokussiert, dass der Fokus sehr nahe an der Elektrodenoberfläche ist. Der Abstand wurde von 2 bis 6 mm in 1 mm-Abständen variiert. Es wurde bei allen Abstandsmessungen ein Wasservolumen von 3 mL verwendet. In das Wasser wurden nur wenige Partikel gegeben. Eine zu große Anzahl an Partikel erschwert die Bildauswertung. Es wurde mit den in Tabelle 33 angegebenen Control-Einstellungen gemessen.

Tabelle 33 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator SA250B

Points	201
avgs	3
Span / HBHW	2
Fit Range / HBHW	1
Drive Level	-20 dBm

Die Videos wurden mit einer Canon PowerShot SX220HS im manuellen Modus mit einer Brennweite von 4 mm aufgenommen. Der Quarz wird auf der Fundamentalen bei einem bestimmten Drive Level schwingen gelassen. Für jeden Drive Level wird ein separates Video aufgenommen. Es wurde der Drive Level-Bereich von 0 bis 2 dBm (Programmwert) in Schritten von 0.2 dBm vermessen. Da das Programm manchmal Schwierigkeiten hatte die richtigen Anfangsparameter für den Fit zu finden, wurde vorgegeben diese „from maximum of conductance“ zu nehmen.

16.8.2 Untersuchungen der Obertonabhängigkeit

Hierfür wurde der Quarzhalter auf einen Abstand von 6 mm eingestellt und anschließend auf einem Oberton Messungen bei unterschiedlichen „Drive Leveln“ aufgenommen. Für jeden Oberton wurde bei 0, 1 und 2 dBm (Einstellungen im Programm) ein Video aufgenommen. Anschließend wurde auf den nächsten Oberton gewechselt. Es wurde bei 5, 15, 25 und 35 MHz gemessen. Die Videos wurden mit einer Canon PowerShot SX220HS im manuellen Modus mit einer Brennweite von 4 mm aufgenommen. Die Control-Einstellungen wurden wie folgt gewählt:

Tabelle 34 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator SA250B

Points	201
avgs	3
Span / HBHW	2
Fit Range / HBHW	1.5
Drive Level	-20 dBm

16.9 Durchführung der Messungen zum Energy Trapping

Alle drei vorgestellten Versuche zum Energy Trapping hatten unterschiedliche Messaufbauten. Die Konstante aller Messungen war eine Kugel, die einen Durchmesser von 2 mm hatte und aus Borsilikat-Glas (Schäfer Glas GmbH) besteht.

Die blanken Quarze wurden durch entfernen der Elektroden erhalten. Dafür wurden diese zunächst in eine Goldätzlösung gegeben. Diese besteht aus 0.6 mol/L Kaliumiodid und 0.2 mol/L Iod gelöst in Wasser. Nach dem Entfernen der Goldelektroden wird der Quarz in eine Chromätzlösung gegeben. Diese besteht aus 0.3 mol/L Ammoniumcer(IV)nitrat in Wasser. Um die übrig gebliebene Titanschicht zu lösen wird der Quarz in warme konzentrierte Schwefelsäure gegeben. Nachdem der Quarz von allen Metallen befreit ist, wird dieser gründlich mit Reinstwasser gewaschen, kommt anschließend 5 min in den UV/Ozon Cleaner und wird dann für 30 min in Ethanol (Reinheit für analytische Anwendungen) gegeben. Abschließend wird der Quarz noch einmal mit Reinstwasser abgespült.

16.9.1 Messaufbau mit Ringelektrode

Es wurde ein blanker 5 MHz-Quarz verwendet. Als untere Elektrode wird eine Kupferplatte und als obere Elektrode eine Ringelektrode, die auch aus Kupfer gefertigt ist verwendet. Diese beiden Elektroden werden in einem Reflexionsschaltkreis betrieben. Hierfür wurde der Netzwerkanalysator N2PK verwendet. Bei einem konstanten Drive Level von 6.0 dBm wird die Kugel bei laufender Messung auf die unterschiedlichen Punkte gelegt und für ca. 5-10 min dort gelassen bis die Frequenzverschiebung einen konstanten Wert angenommen hat. Die Control-Einstellungen wurden wie folgt gewählt:

Tabelle 35 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator N2PK für Messungen mit einer Ringelektrode

Points	200
avgs	3
Span / HBHW	10
Fit Range / HBHW	4
Drive Level	6.0 dBm

16.9.2 Messaufbau mit Kupferplatten

Ein blanker 5 MHz-Quarz wurde verwendet und über zwei Kupferplatten zur Schwingung angeregt. Diese sind in einen Reflexionsschaltkreis mit dem Netzwerkanalysator N2PK eingebaut. Zwischen der oberen Kupferplatte und dem Quarz befindet sich ein rundes Stück Schleifpapier mit einer P120er Körnung und einem Durchmesser von 3 mm, das an unterschiedlichen Stellen auf dem Quarz platziert wird. Es werden Frequenz- und Halbwertsbreitenverschiebungen gemessen. Zwischen den Kupferplatten befinden sich Abstandshalter. Sie gewährleistet einen gleichbleibenden Abstand zum Quarz. Die oberste Kupferplatte berührt die Quarzoberfläche nicht. Für die Messung wurden folgende Control-Einstellungen gewählt:

Tabelle 36 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator N2PK für Messungen mit Kupferplatten

Points	201
avgs	3
Span / HBHW	10
Fit Range / HBHW	4
Drive Level	6.0 dBm

16.9.3 Messaufbau mit goldbedampften Quarz

Es wurde ein goldbedampfter 5 MHz-Quarz verwendet. Dieser wurde in einen Quarzhalter eingebaut, bei dem die Elektrodenfläche frei bleibt. Die Messungen finden in Transmission statt. Im Schaltkreis ist noch ein programmierbarer Dämpfer zwischen das Ausgangssignal und den Quarz geschaltet, mit dem eine Regulierung des Drive Levels möglich ist. Als Netzwerkanalysator wurde das Gerät N2PK benutzt. Die folgenden Control-Einstellungen wurden verwendet

Tabelle 37 – Control-Einstellungen für den Netzwerkanalysator N2PK für Messungen mit goldbedampftem Quarz

Points	200
avgs	3
Span / HBHW	5
Fit Range / HBHW	2
Drive Level	6.0 dBm

17 Anhang

17.1 Literatur

- [1] I. Szlufarska, M. Chandross, R. W. Carpick, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **2008**, *41*, 123001.
- [2] X. Miao, X. Huang, *Wear* **2014**, *309*, 146–151.
- [3] D. K. Karupannasamy, M. B. de Rooij, D. J. Schipper, *Wear* **2013**, *308*, 222–231.
- [4] B. Persson, O. Albohr, U. Tartaglino, A. I. Volokitin, E. Tosatti, *J. Phys.: Condens. Matter*, *17*, R1–R62.
- [5] S. Hanke, *Untersuchungen zur Mikrotribologie unter Hochfrequenter Oszillatorischer Anregung*, Dissertation, TU Clausthal, Clausthal-Zellerfeld, **2013**.
- [6] K. J. Luo, Q. Fu, I. W. Milne in *Modeling and Measurement Methods for Acoustic Waves and for Acoustic Microdevices* (Hrsg.: M. G. Beghi), InTech, **2013**.
- [7] N. Riley, *Annu. Rev. Fluid Mech.* **2001**, *33*, 43–65.
- [8] S. S. Sadhal, *Lab Chip* **2012**, *12*, 2292–2300.
- [9] L. da Vinci, *Codex Madrid I*, National Library Madrid, **1493**.
- [10] A. C. Coulomb, *Théorie des machines simples*, Bachelier, Libraire, Quai des Augustins, Paris, **1821**.
- [11] V. L. Popov, *Kontaktmechanik und Reibung. Von der Nanotribologie bis zur Erdbebedynamik*, 2. Aufl., Springer, Heidelberg, **2010**.
- [12] R. Mindlin, H. Deresiewicz, *J. Appl. Mech.* **1953**, 327–344.
- [13] H. Jost, Great Britain. Ministry of Technology, *H. M. Stationery Office* **1968**.
- [14] H. Czichos, K.-H. Habig, *Tribologie-Handbuch. Tribometrie, Tribomaterialien, Tribotechnik*, 3. Aufl., Vieweg+Teubner Verlag / GWV Fachverlage, Wiesbaden, Wiesbaden, **2010**.
- [15] H. Hertz, *J. für die reine und angew. Math. (Crelle's Journal)* **1882**, 156–171.
- [16] K. L. Johnson, *Contact mechanics*, Cambridge Univ. Pr., Cambridge, **1989**.
- [17] K. L. Johnson, K. Kendall, A. D. Roberts, *Proc. R. Soc. A* **1971**, *324*, 301–313.
- [18] F. P. Bowden, D. Tabor, *Friction: An Introduction to Tribology*, R. E. Krieger Publishing Company, **1973**.
- [19] Cagy, zu finden unter <http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/f/f7/JKR-full-curve-with-illustrations.png>. Veröffentlicht unter der Lizenz CC-BY-SA-3.0,2.5,2.0,1.0. 12.01.2014.

- [20] B. Derjaguin, V. Muller, Y. Toporov, *J. Colloid Interface Sci.* **1975**, 53, 314–326.
- [21] V. M. Muller, B. V. Derjaguin, Y. Toporov, *Colloids and Surf.* **1983**, 7, 251–259.
- [22] V. Muller, V. Yushchenko, B. Derjaguin, *J. Colloid Interface Sci.* **1980**, 77, 91–101.
- [23] K. L. Johnson, J. A. Greenwood, *J. Colloid Interface Sci.* **1997**, 192, 326–333.
- [24] R. Mindlin, *J. Appl. Mech.* **1949**, 16, 259–268.
- [25] I. Etsion, *J. Tribol.* **2010**, 132, 020801-1-020801-9.
- [26] A. R. Savkoor, *Wear* **1986**, 113, 37–60.
- [27] S. Hanke, J. Petri, D. Johannsmann, *Phys. Rev. E* **2013**, 88.
- [28] F. P. Bowden, D. Tabor, *The friction and lubrication of solids*, Clarendon Press, Oxford, **2001**.
- [29] J. F. Archard, *Proc. R. Soc. A* **1957**, 243, 190–205.
- [30] M. Ciavarella, G. Demelio, *J. Appl. Mech.* **2001**, 68, 496–498.
- [31] R. A. Onions, J. F. Archard, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **1973**, 6, 289–304.
- [32] J. A. Greenwood, J. Williamson, *Proc. R. Soc. A* **1966**, 295, 300–319.
- [33] J. A. Greenwood, *Br. J. Appl. Phys.* **1966**, 17, 1621–1632.
- [34] B. Persson, *Surf. Sci. Rep.* **2006**, 61, 201–227.
- [35] B. Lorenz, B. Persson, G. Fortunato, M. Giustiniano, F. Baldoni, *J. Phys. Condens. Matter* **2013**, 25, 095007-1-095007-8.
- [36] N. Prodanov, W. B. Dapp, M. H. Müser, *Tribol. Lett.* **2014**, 53, 433–448.
- [37] S. Akarapu, T. Sharp, M. O. Robbins, *Phys. Rev. Lett.* **2011**, 204301-1-204301-4.
- [38] L. Pastewka, M. O. Robbins, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **2014**, 111, 3298–3303.
- [39] A. Ovcharenko, I. Etsion, *J. Tribol.* **2009**, 131, 031602-1-031602-8.
- [40] D. Tabor, *Proc. R. Soc. A* **1959**, 251, 378–393.
- [41] G. Sauerbrey, *Z. für Physik* **1959**, 155, 206–222.
- [42] B. Neubig, W. Briesse, *Das grosse Quarz-Kochbuch. Quarze, Quarzoszillatoren, Quarz- und Oberflächenwellenfilter (SAW), Messtechnik; mit 23 Tabellen*, Franzis, Feldkirchen, **1997**.
- [43] J. Curie, P. Curie, *Comp. Rend. Acad. Sci.* **1881**, 1137–1140.
- [44] J. Curie, P. Curie, *Comp. Rend. Acad. Sci.* **1880**, 294–295.
- [45] D. Johannsmann, *The Quartz Crystal Microbalance in Soft Matter Research. Fundamentals and Modeling*, Springer, Dordrecht, **2014**.
- [46] A. Arnau, *Piezoelectric transducers and applications*, 2. Aufl., Springer, New York, **2008**.
- [47] S. Berg, D. Johannsmann, M. Ruths, *J. Appl. Phys.* **2002**, 92, 6905–6910.

- [48] D. Johannsmann, *Macromol. Chem. Phys.* **1999**, 501–516.
- [49] A. Laschitsch, D. Johannsmann, *J. Appl. Phys.* **1999**, 85, 3759–3765.
- [50] K. K. Kanazawa, *Faraday Discuss.* **1997**, 77–90.
- [51] B. Borovsky, B. L. Mason, J. Krim, *J. Appl. Phys.* **2000**, 88, 4017.
- [52] D. Johannsmann, L.-O. Heim, *J. Appl. Phys.* **2006**, 100, 094505-1-094505-5.
- [53] B. A. Martin, H. E. Hager, *J. Appl. Phys.* **1989**, 65, 2630–2635.
- [54] V. Heitmann, J. Wegener, *Anal. Chem.* **2007**, 79, 3392–3400.
- [55] G. Sauerbrey, *Angew. Chem., Int. Ed.* **1957**, 761.
- [56] K. K. Kanazawa, J. G. Gordon, *Anal. Chem.* **1985**, 175, 99–105.
- [57] G. L. Dybwad, *J. Appl. Phys.* **1985**, 58, 2789–2790.
- [58] A. Olsson, H. van der Mei, D. Johannsmann, H. J. Busscher, P. K. Sharma, *Anal. Chem.* **2012**, 84, 4504–4512.
- [59] A. Pomorska, D. Shchukin, R. Hammond, M. A. Cooper, G. Grundmeier, D. Johannsmann, *Anal. Chem.* **2010**, 82, 2237–2242.
- [60] D. Johannsmann, K. Mathauer, G. Wegner, W. Knoll, *Phys. Rev. B* **1992**, 46, 7808–7815.
- [61] D. Johannsmann, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **2008**, 10, 4516–4534.
- [62] E. Vittorias, M. Kappl, H.-J. Butt, D. Johannsmann, *Powder Technol.* **2010**, 203, 489–502.
- [63] P. Berthoud, T. Baumberger, *Proc. R. Soc. A* **1998**, 454, 1615–1634.
- [64] Martin Reuter, *FDim*, zu finden unter <http://reuter.mit.edu/software/fdim/>.
- [65] Martin Reuter, *Fraktaldimension von Grauwertbildern*, Studienarbeit, Universität Hannover, Hannover, **1999**.
- [66] J. Brandrup, E. H. Immergut, E. A. Grulke, *Polymer handbook*, 4th edition, Wiley, New York, Chichester, **2004**.
- [67] Agilent Technologies, *Understanding the Fundamental Principles of Vector Network Analysis*, zu finden unter <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5965-7707E.pdf>.
- [68] T. Baier, *CQ* **2007**, 190–192.
- [69] J. Vlachová, *Partial Slip in liquids studied with high-frequency shear oscillations*, Masterarbeit, Brno University of Technology, Brno, **2014**.
- [70] M. Edvardsson, M. Rodahl, F. Höök, *The Analyst* **2006**, 131, 822–828.
- [71] M. A. Cooper, F. N. Dultsev, T. Minson, V. P. Ostanin, C. Abell, D. Klenerman, *Nat. Biotechnol.* **2001**, 19, 833–837.

-
- [72] F. N. Dultsev, R. E. Speight, M. T. Fiorini, J. M. Blackburn, C. Abell, V. P. Ostanin, D. Klenerman, *Anal. Chem.* **2001**, *73*, 3935–3939.
- [73] R. G. Nuzzo, F. A. Fusco, D. L. Allara, *J. Am. Chem. Soc.* **1987**, *109*, 2358–2368.
- [74] C. D. Bain, E. B. Troughton, Y. T. Tao, J. Evall, G. M. Whitesides, R. G. Nuzzo, *J. Am. Chem. Soc.* **1989**, *111*, 321–335.
- [75] M. A. Cooper, F. N. Dultsev, V. P. Ostanin, D. Klenerman, *Anal. Chim. Acta* **2011**, *702*, 233–238.
- [76] M. Wiklund, R. Green, M. Ohlin, *Lab Chip* **2012**, *12*, 2438–2451.
- [77] M. E. Gurtin, *An introduction to continuum mechanics*, Academic Press, New York, **1981**.
- [78] C. Y. Wang, B. Drachman, *Appl. Sci. Res.* **1982**, *39*, 55–68.
- [79] R. König, A. Langhoff, D. Johannsmann, *Phys. Rev. E* **2014**, 043016-1-043016-9.
- [80] M. Edvardsson, V. P. Zhdanov, F. Hook, *Small* **2007**, *3*, 585–589.
- [81] C. Hess, K. Borgwarth, J. Heinze, *Electrochim. Acta* **2000**, *45*, 3725–3736.
- [82] M. Edvardsson, V. P. Zhdanov, F. Höök, *Small* **2007**, *3*, 585–589.
- [83] *ImageJ*, zu finden unter <http://imagej.nih.gov/ij/>, Rasband, W.S., U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, **1997-2014**.

17.2 Variablen und Konstanten

A	Amplitude
A_{eff}	effektive Fläche des Quarzes 33 mm^2
A_{Kontakt}	Fläche des Plättchens
A_{real}	reale Kontaktfläche
$A_{\text{real},0}$	reale Kontaktfläche im Ausgangszustand
a_{Hertz}	Hertzscher Kontaktradius
B	Blindleitwert, Suszeptanz
B_{off}	Ordinatenabschnitt der Suszeptanz
$C(q)$	Leistungsspektrum
C_0	elektrische Kapazität
C_1	akustische Kapazität
c_s	Schallgeschwindigkeit im Quarz (3400 ms^{-1})
D_f	fraktale Dimension
d_{Quarz}	Dicke des Quarzes
d_{26}	piezoelektrische Steifigkeit ($3.1 \cdot 10^{-12} \text{Vm}^{-1}$)
E^*	plastische Konstante, Elastizitätsmodul
F_g	Gravitationskraft
F_N	Normalkraft
F_R	Reibungskraft
F_T, F_{\parallel}	Tangentialkraft
f_n	Resonanzfrequenz des jeweiligen Obertons
f_0	Resonanzfrequenz
G	Wirkleitwert, Konduktanz
G_{max}	Amplitude der Konduktanz
G_{off}	Ordinatenabschnitt der Konduktanz
G_{Quarz}	Schermodul des Quarzes
H	Härte des Materials (Abschnitt 2.2)
H	HURST-Exponent (Abschnitt 2.2.1)
L	laterale Größe
L_1	akustische Induktivität
m_f	aufgebrachte Masse

m_K	Punktmasse
N	Gesamtanzahl
N_K	Anzahl der Partikel
n	Obertonordnung
Q	Qualitätsfaktor
q_L	kleinst möglicher Wellenlängenvektor
q_0	roll-off Wellenvektor
q_1	kurzen Wellenlängenvektor
R	Kugelradius (Abschnitt 2.1)
R	Widerstand (Abschnitt 3.1)
R_E	Radius der Elektroden
R_{rms}	Rauheitswert (R oot- M eans- S quare)
R_1	akustische Widerstand
r	Abstand vom Zentrum des Quarzes
S^c	Kontaktsteifigkeit aus Frequenzverschiebung für raue Oberflächen
$S^{c'}$	Kontaktsteifigkeit aus Halbwertsbreitenverschiebung für raue Oberflächen
T_g	Glasübergangstemperatur
$\tan \delta$	Verlustwinkel
U_{el}	elektrische Spannung
u_r	Scheramplitude im Abstand r
u	Auslenkung des Quarzes
u_N	normierte Auslenkung des Quarzes
u_0	Scheramplitude (engl. amplitude of motion)
v	Geschwindigkeit
W	Gewicht
X	Blindwiderstand
Y	komplexer Leitwert, Admittanz
Z	komplexer Widerstand, Impedanz
Z_L	Lastimpedanz des Quarzes (load impedance)
Z_q	Impedanz des Quarzes ($8.8 \cdot 10^6 kgm^{-2}s^{-1}$)
z	Variable der Höhenabweichung
z_0	effektiv wirkenden Oberflächenkräfte

α	Konstante
Δf	Frequenzverschiebung
$\Delta \tilde{f}$	komplexe Frequenzverschiebung
$\Delta \Gamma$	Halbwertsbreitenverschiebung
ϕ	Koeffizient für die tangentielle Kraft
Γ_0	Bandbreite, Halbwertsbreite
γ	Oberflächenenergie
η	Viskosität der Flüssigkeit
φ	asymmetrischer Parameter
κ	Federkonstante, Kontaktsteifigkeit
κ'	Kontaktsteifigkeit aus der Frequenzverschiebung für den Einzelkontakt
κ''	Kontaktsteifigkeit aus der Halbwertsbreitenverschiebung für den Einzelkontakt
$\tilde{\kappa}$	komplexe Kontaktsteifigkeit
λ	Wellenlänge
λ	elastische Länge (Abschnitt 11)
μ	Reibungskoeffizient
μ_s	statischer Reibungskoeffizient
ν	Poisson-Zahl
π	Kreiszahl (3.14159)
ρ_l	Dichte der Flüssigkeit
$\sigma_{H, \max}$	maximale Haftreibungsspannung
σ_G	Gleitreibungsspannung
σ_N	Normalspannung
$\sigma_T, \sigma_{ }$	Tangentialspannung
ω	Breite der GAUSSfunktion (s. Abschnitt 3.1)
ω	Kreisfrequenz
ω_K	Partikelresonanz (mit Tilde komplexe Partikelresonanz)
$\tilde{\omega}_r$	komplexe Resonanzfrequenz des beladenen Quarzes
$\tilde{\omega}_{ref}$	komplexe Resonanzfrequenz des unbeladenen Quarzes
ξ	Dämpfungskonstante

17.3 Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
AIBN	Azo-bis-(isobutyronitril)
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
Gew. %	Gewichtsprozent
JKR	J ohnson, K endall und R oberts
NMR	N uclear M agnetic R esonanz
PDMS	P oly d imethylsiloxan
PMMA	P oly m ethyl m ethacrylat
PMT	Photomultiplier
REVS	R upture E vent S canning
RMS	R oot- M ean- S quare
QCM	Schwingquarzmikrowaage (engl. q uartz c ystal m icrobalance)
s.	siehe
SAW	S urface A coustice W ave
SLA	S mall- L oad- A pproximation
sog.	sogenannt
STM	S canning T unneling M icroscopy
z.B.	zum Beispiel

17.4 Danksagung

Als erstes möchte ich mich bei Professor Diethelm Johannsmann für die Überlassung des interessanten Themas, die gute Betreuung im Rahmen von zahlreichen Diskussionen während meiner Promotion sowie die Möglichkeit des wissenschaftlichen Austauschs im Rahmen diverser Tagungen bedanken.

Juniorprofessor Eike Hübner möchte ich für die Übernahme des Koreferats, sowie die vielen gemeinsamen Aktivitäten danken.

Dr. Jörg Adams möchte ich für die Unterstützung während meiner Zeit am Institut danken.

Andreas Böttcher möchte ich danken für seine Arbeit an den Quarzhaltern, ohne die viele der Messungen nicht möglich gewesen wären.

Dr. Arne Langhoff möchte ich für die vielen Diskussionen, hilfreichen Tipps sowie für die kritische Durchsicht des Manuskripts danken.

Astrid Peschel möchte ich für die DSC-Messungen und die netten Gespräche danken.

Dr. Sebastian Dahle und Aaron Arendt vom Institut für Energieforschung und Physikalische Technologien danke ich für die Messungen und Auswertungen der Oberflächen am AFM.

Thomas Peters vom Institut für Nichtmetallische Werkstoffe möchte ich für die Untersuchungen am Profilometer danken.

Ich möchte mich bei allen ehemaligen und derzeitigen Doktoranden am Institut für eine schöne Zeit während meiner Promotion bedanken – für viele anregende Gespräche und schöne gemeinschaftlichen Aktivitäten.

Außerdem möchte ich meiner Familie für ihre Unterstützung danken.